Manual de Prácticas del Laboratorio de Química Orgánica

Elaborado por:	Revisado por:	Autorizado por:	Vigente desde:
Q. Antonia del Carmen Pérez León M. en C. Alfredo Velásquez Márquez Dra. Ana Laura Pérez Martínez Ing. Félix Benjamín Núñez Orozco M. en A. Violeta Luz María Bravo Hernández Q. Esther Flores Cruz Dr. Ehecatl Luis David Paleo González M. en C. Miguel Angel Jaime Vasconcelos	Q. Antonia del Carmen Pérez León M. en C. Alfredo Velásquez Márquez Dra. Ana Laura Pérez Martínez Ing. Félix Benjamín Núñez Orozco M. en A. Violeta Luz María Bravo Hernández Q. Esther Flores Cruz Dr. Ehecatl Luis David Paleo González M. en C. Miguel Angel Jaime Vasconcelos	M. en I. Mayverena Jurado Pineda	**20 de marzo de 2026**

Índice de prácticas

Práctica	Nombre de la práctica	Página
1	EQUIPO DE LABORATORIO Y MEDIDAS DE SEGURIDAD	3
2	FUERZAS INTERMOLECULARES. SOLUBILIDAD Y CROMATOGRAFÍA	13
3	DESTILACIÓN	29
4	HALOGENACIÓN DE ALQUENOS	36
5	SUSTITUCIÓN NUCLEOFÍLICA	44
6	SÍNTESIS DE COMPUESTOS AROMÁTICOS HETEROCÍCLICOS DE INTERÉS INDUSTRIAL. CUMARINAS E INDOLES	51

Práctica 1

EQUIPO DE LABORATORIO Y MEDIDAS DE SEGURIDAD

1. SEGURIDAD EN LA EJECUCIÓN

	Peligro o fuente de energía	Riesgo asociado
1	Ninguno	Ninguno

2. OBJETIVOS

EL ALUMNADO:

1. Conocerá las reglas básicas de higiene y seguridad que debe cumplir en un laboratorio de Química Orgánica.
2. Entenderá el uso y las precauciones que debe tomar durante el uso del material y el equipo que se empleará en el curso.
3. Identificará, para algunas de las sustancias químicas empleadas en el curso, sus usos y las precauciones de su manejo.

3. INTRODUCCIÓN

Para entender mejor los principios básicos de la Química Orgánica es indispensable la experimentación. El laboratorio de Química Orgánica es el lugar donde se comprueba la validez de dichos principios; ofrece también la oportunidad de conocer mejor los procesos químicos que ocurren en la naturaleza. Sin embargo, para conseguir dicho objetivo, es imprescindible realizar análisis químicos confiables, y esto sólo puede lograrse si se conoce el manejo adecuado del material, de los equipos y de los reactivos químicos que existen en el laboratorio.

Por otro lado, un aspecto fundamental que se debe considerar en un laboratorio de Química Orgánica es la seguridad, pues el trabajo en dicho lugar implica que la persona que lleva a cabo la experimentación se exponga a una gran variedad de sustancias químicas, de las cuales muchas conllevan ciertos riesgos durante su manipulación. Por lo anterior, es indispensable cumplir un reglamento de higiene y seguridad con el fin de reducir riesgos en el manejo del material, equipo y sustancias químicas.

Al trabajar con reactivos químicos, se requiere conocer las propiedades de las sustancias empleadas y las precauciones que deben tomarse durante su manipulación, por lo que es necesario consultar la información que contiene la etiqueta de cualquier sustancia química.

4. EQUIPO Y MATERIAL

A continuación, se muestran y enlistan algunos de los materiales y equipos que se usan durante las prácticas:

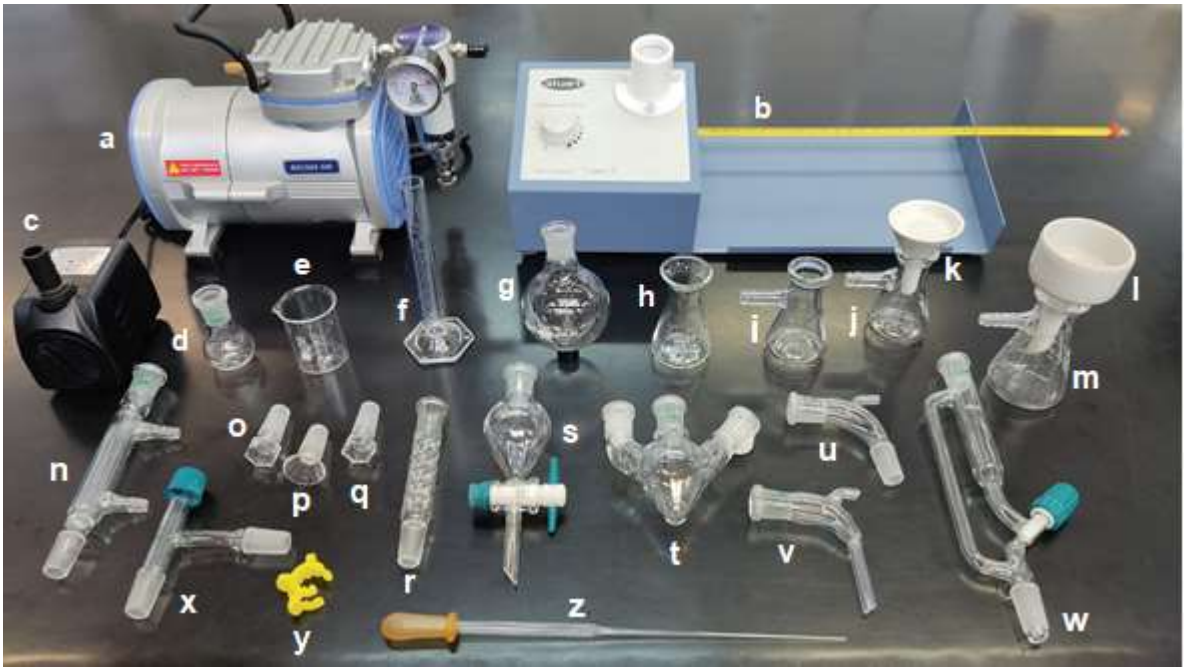


Figura 1. Equipo y material que se usa en las prácticas de Química Orgánica.

a. Bomba de vacío
b. Aparato para determinar el punto de fusión
c. Bomba de agua sumergible
d. Matraz de fondo plano
e. Vaso de precipitados
f. Probeta
g. Matraz bola
h. Matraz cónico
i. Matraz kitasato
j. Matraz kitasato
k. Embudo Hirsch
l. Embudo Buchner
m. Matraz kitasato
n. Condensador recto
o. Tapón de vidrio
p. Embudo de filtro
q. Tapón de vidrio
r. Columna de separación Vigreux
s. Embudo de separación
t. Matraz de tres bocas de tipo corazón
u. Adaptador de salida con conexión
v. Adaptador de salida
w. Embudo de compensación de presión
x. Adaptador de tres vías (ventilado)
y. Clip de articulación
z. Pipeta Pasteur

5. REACTIVOS

Figura 2. Reactivos que se usan en las prácticas de Química Orgánica.

a. 2-metil-2-butanol
b. diclorometano
c. 2-octanol
d. glicerol
e. acetoacetato de etilo
f. resorcinol
g. acetofenona
h. anisaldehído
i. tribromuro de piridinio
j. 2-nitrobenzaldehído

6. DESARROLLO

ACTIVIDAD 1.

Reglamento y principios básicos del trabajo seguro en el laboratorio

La figura docente discutirá con el alumnado los puntos más importantes de los reglamentos vigentes en la Facultad. Razonará sobre el porqué es conveniente adoptar y aplicar estas normas de seguridad durante el trabajo que se realizará durante cada práctica.

En conjunto con el alumnado se hará una revisión de las instalaciones de emergencia existentes en el laboratorio:

a) Identificación de salidas de emergencia: Se llevará a cabo una breve presentación sobre la ubicación estratégica de las salidas de emergencia en el laboratorio. Se destacará la importancia de conocer estas salidas para garantizar una evacuación rápida y segura en situaciones críticas. Se hará del conocimiento del alumnado la ubicación de los puntos de reunión en caso de evacuación.
b) Localización de extintores de incendios: Se hará del conocimiento del alumnado la ubicación de los extintores de incendios. Se explicará la clasificación de los extintores y cómo utilizarlos adecuadamente en caso de un pequeño incendio.
c) Duchas de seguridad y lavaojos: Se mostrará la ubicación de las duchas de seguridad y los lavaojos, se explicará su funcionamiento y uso correcto en caso de emergencia y, con previa autorización del responsable de laboratorio, se podrá realizar una demostración práctica sobre su uso correcto. Se hará hincapié en la importancia de enjuagar los ojos o el cuerpo de inmediato en caso de exposición a sustancias químicas.

Adicionalmente, la figura docente:

a) hará una revisión del Procedimiento de evacuación: Se realizará una revisión detallada del procedimiento de evacuación, enfatizando la importancia de mantener la calma y seguir las instrucciones del personal encargado en caso de una evacuación real.
b) explicará la importancia del uso correcto del equipo de protección personal, así como las características propias de estos equipos para garantizar un trabajo seguro en concordancia con la normatividad vigente:
    - Bata de laboratorio.
    - Guantes.
    - Gafas de seguridad.
    - Otros equipos de protección personal.

c) proporcionará información sobre la forma correcta acerca del uso y retiro del equipo de protección personal, así como las características de otros equipos como vestimenta, mandiles, protectores faciales y calzado, según sea necesario para ciertos experimentos.

ACTIVIDAD 2

Manejo de las sustancias químicas

La figura docente mostrará al alumnado algunos de los reactivos que se tienen en el laboratorio (**Figura 3**) e indicará cuáles son las características del etiquetado de las sustancias y la información que proporciona cada una de éstas.

Se revisarán las características del Sistema Globalmente Armonizado de clasificación y etiquetado de productos químicos, así como su uso en el transporte y almacenamiento de sustancias químicas. Se destacarán las precauciones específicas para el almacenamiento seguro de diferentes tipos de sustancias químicas.

Figura 3. Reactivos disponibles en el laboratorio.

La figura docente mencionará los criterios que se utilizan para determinar e implementar medidas de control para reducir la exposición del alumnado a sustancias peligrosas. Hará énfasis en algunas de las buenas prácticas de trabajo que son más importantes en el laboratorio de Química Orgánica, como:

a) Manejo de las hojas de seguridad. Se mencionará la ubicación y disponibilidad de estos documentos, así como la de otros materiales de referencia que contengan información sobre peligros físicos y para la salud.
b) Técnicas de manipulación segura. Se realizará una demostración práctica de técnicas seguras para la manipulación de sustancias químicas y equipo de laboratorio.
c) Límites de exposición permisibles para sustancias químicas peligrosas reguladas y sin regular.

d) Signos y síntomas asociados con la exposición a las sustancias utilizadas en el laboratorio.
e) Métodos para detectar la presencia o liberación de una sustancia química peligrosa.
f) Conocimiento de los procedimientos para actuar en caso de emergencia.

La figura docente proporcionará información sobre la correcta disposición de residuos químicos. El alumnado aprenderá a identificar contenedores designados y procedimientos para la eliminación segura de desechos.

ACTIVIDAD 3

Planeación del trabajo de laboratorio

La figura docente explicará la importancia de la planificación previa del trabajo en el laboratorio como una actividad esencial en el curso de química orgánica para crear un entorno seguro y eficiente durante las actividades en el laboratorio.

Se revisará en que consiste un análisis RAMP como un enfoque estructurado para evaluar y gestionar riesgos en situaciones laborales, específicamente en el ámbito de la salud y la seguridad. Este método se utiliza para identificar, analizar y abordar los riesgos potenciales asociados con una tarea o actividad específica de acuerdo con las siguientes etapas:

a) **R**iesgo (**R**isk): En esta etapa, se identifican y evalúan los posibles riesgos asociados con una tarea o actividad. Esto implica considerar factores como sustancias peligrosas, equipos, procedimientos y cualquier otro elemento que pueda representar un peligro para la salud y la seguridad.
b) **A**cciones (**A**ctions): Después de identificar los riesgos, se proponen y desarrollan acciones preventivas para mitigar o reducir esos riesgos. Estas acciones pueden incluir el uso de equipos de protección personal (EPP), cambios en los procedimientos, o ajustes en la planificación de la tarea.
c) **M**inimización (**M**inimisation): Esta fase implica la implementación de las acciones preventivas propuestas para minimizar los riesgos. Aquí se pone en práctica el plan diseñado para garantizar un entorno de trabajo seguro.
d) **P**rocedimientos (**P**rocedures): Se establecen procedimientos específicos para guiar la ejecución de la tarea de manera segura. Esto incluye protocolos para emergencias, instrucciones detalladas sobre el uso de equipos y sustancias, y cualquier otra información relevante para garantizar la seguridad.

ACTIVIDAD 4

Realice el análisis **RAMP** completo del proceso que le asigne la figura docente.

7. BIBLIOGRAFÍA

1. *Etiquetado de Productos Químicos y FDS*. Sistema Globalmente Armonizado de Clasificación y Etiquetado de productos químicos. (n.d.). http://www.ghs-sga.com/etiquetado-de-productos-quimicos-y-fds/
2. American Chemical Society Guidelines for Chemical Laboratory Safety in ... (n.d.). https://www.acs.org/content/dam/acsorg/about/governance/committees/chemicalsafety/publications/acs-safety-guidelines-academic.pdf
3. *Measuring toxicity*. Science Learning Hub. (n.d.). http://www.sciencelearn.org.nz/resources/366-measuring-toxicity
4. Pavia, D. L. (2005). *Introduction to organic laboratory techniques: A microscale approach*. Thomson Brooks/Cole.
5. Occupational Safety and Health. (n.d.). *Laboratory safety guidance - occupational safety and health administration*. Laboratory Safety Guidance. https://www.osha.gov/sites/default/files/publications/OSHA3404laboratory-safety-guidance.pdf

CUESTIONARIO PREVIO

EQUIPO DE LABORATORIO Y MEDIDAS DE SEGURIDAD

1. Haga una revisión de los reglamentos de seguridad y cite al menos cinco de los puntos más importantes de cada uno.

   - Reglamento general de uso de laboratorios y talleres, disponible en www.dcb.ingenieria.unam.mx/wp-content/themes/tempera-child/CoordinacionesAcademicas/FQ/Q/LQ/Reglamento_FI.pdf
   - Reglamento interno, disponible en www.dcb.ingenieria.unam.mx/wp-content/themes/tempera-child/CoordinacionesAcademicas/FQ/Q/LQ/REDO-01_DCB.pdf

2. Cite al menos tres accidentes que pueden presentarse en el laboratorio de Química Orgánica y mencione cómo evitarlos.
3. ¿Qué es una hoja de datos de seguridad y cuál es la información mínima que debe contener?
4. ¿Cuáles son las diferencias entre las declaraciones de peligro (**H**) y las declaraciones de precaución (**P**) en una hoja de seguridad?
5. Investigue qué información mínima debe contener la etiqueta de un reactivo químico.
6. ¿Qué indica la clave $\mathbf{LD_{50}}$ en la etiqueta de una sustancia química?
7. ¿Qué significa el acrónimo **RAMP** en el contexto del análisis de riesgos?
8. Observe los pictogramas siguientes e infiera los riesgos que advierten.

BIBLIOGRAFÍA

1. *Etiquetado de Productos Químicos y FDS*. Sistema Globalmente Armonizado de Clasificación y Etiquetado de productos químicos. (n.d.). http://www.ghs-sga.com/etiquetado-de-productos-quimicos-y-fds/
2. American Chemical Society Guidelines for Chemical Laboratory Safety in ... (n.d.). https://www.acs.org/content/dam/acsorg/about/governance/committees/chemicalsafety/publications/acs-safety-guidelines-academic.pdf
3. *Measuring toxicity*. Science Learning Hub. (n.d.). http://www.sciencelearn.org.nz/resources/366-measuring-toxicity
4. Pavia, D. L. (2005). *Introduction to organic laboratory techniques: A microscale approach*. Thomson Brooks/Cole.
5. Occupational Safety and Health. (n.d.). *Laboratory safety guidance - occupational safety and health administration*. Laboratory Safety Guidance. https://www.osha.gov/sites/default/files/publications/OSHA3404laboratory-safety-guidance.pdf

Práctica 2

FUERZAS INTERMOLECULARES, SOLUBILIDAD Y CROMATOGRAFÍA

1. SEGURIDAD EN LA EJECUCIÓN

	Peligro o fuente de energía	Riesgo asociado
1	Manejo de reactivos	Son inflamables y tóxicos. Su manejo requiere uso de lentes de seguridad, guantes y una ventilación adecuada.
2	Manejo de material de vidrio	Si es manipulado inadecuadamente puede romperse en fragmentos filosos.
3	Parrilla eléctrica	Si no se usa con precaución, puede provocar quemaduras en la piel.

2. OBJETIVOS

EL ALUMNADO:

1. Distinguirá el tipo de atracciones intermoleculares de algunas sustancias.
2. Comprenderá las diferencias entre una sustancia polar y una que no lo sea.
3. Comprenderá los factores que afectan la solubilidad de las sustancias en disolventes orgánicos.
4. Comprenderá la importancia de las fuerzas intermoleculares en la técnica de separación cromatográfica.
5. Elegirá la mezcla adecuada de disolventes, para realizar la separación de tintas por medio de la cromatografía en papel.

3. INTRODUCCIÓN

Las atracciones intermoleculares, son las que se presentan entre moléculas de la misma sustancia (fuerzas de cohesión) o de sustancias diferentes (fuerzas de adhesión). Estas interacciones o fuerzas son de origen electrostático y son más débiles que las fuerzas entre los iones de carga opuesta. Las interacciones intermoleculares son las que influyen en algunas de las propiedades de las sustancias como el punto de fusión, el punto de ebullición, la solubilidad y los cambios de fase. Dependiendo de la polaridad de las sustancias, las interacciones que pueden presentarse entre sus partículas son de tipo dipolo-dipolo, ion-dipolo, dipolo-dipolo inducido, dipolo inducido-dipolo inducido y puente de hidrógeno. Una aplicación de este tipo de fuerzas es la formación de micelas para separar contaminantes del agua.

En química, la polaridad de un disolvente se define como la capacidad general que éste tiene para solvatar solutos. Esta capacidad depende a su vez de todas las interacciones intermoleculares posibles, tanto específicas como no específicas, que se presenten entre los iones y/o moléculas del soluto y las moléculas de disolvente. Dentro de estas interacciones se deben excluir aquellas que produzcan una alteración química en los iones o moléculas del soluto.

Sustancia	Constante dieléctrica [F/m] a 25 [°C]	Momento dipolo [D]
hexano	1.9	0.0
acetona	20.7	2.72
etanol	25.5	1.68
metanol	32.8	1.66
agua	80.1	1.85

La polaridad es una característica muy importante de los disolventes debido a que determina la solubilidad y el orden de elución de los compuestos en técnicas de separación como la cromatografía.

La cromatografía puede considerarse como un proceso de migración diferencial en el cual los componentes de una mezcla son transportados por una fase móvil (gas o líquido), y retenidos selectivamente por una fase estacionaria que puede ser un líquido o un sólido. Esta migración diferencial, depende de los diferentes tipos de fuerzas (puentes de hidrógeno, interacciones polares y fuerzas de London), que se presentan entre los componentes de la mezcla y la fase móvil y entre los componentes de la mezcla y la fase estacionaria.

Dependiendo de la disposición de la fase estacionaria, las técnicas cromatográficas se dividen en:

- Cromatografía plana. Donde la fase estacionaria se sitúa sobre un papel o sobre una placa plana. Entre estas técnicas se tiene a la cromatografía en papel y la cromatografía en capa fina.
- Cromatografía en columna. Donde la fase estacionaria se sitúa dentro de una columna.

Según el fluido empleado como fase móvil se tiene la cromatografía de líquidos, la cromatografía de gases y la cromatografía de fluidos supercríticos.

En cromatografía, la adecuada separación de los componentes de una mezcla depende en gran parte de la afinidad que presentan los componentes de la mezcla con la fase móvil. Particularmente importante es la polaridad de la fase móvil, que comúnmente es un disolvente

4. MATERIAL

a) 17 tubos de ensayo.
b) 1 gradilla.
c) 1 espátula de doble punta.
d) 5 pipetas de 1 [ml].
e) 5 frascos con gotero (por brigada que contienen: agua destilada, metanol, hexano, acetona y ácido acético).
f) 3 pipetas Pasteur con bulbo (para todo el grupo y para la dosificación de 2-octanol, etanol y glicerina).
g) 1 pipeta graduada de 2 [ml].
h) 1 propipeta.
i) 1 vaso de precipitados de 250 [ml].
j) 4 vasos de precipitados de 100 [ml].
k) 2 probetas de vidrio de 10 [ml].
l) 3 vidrios de reloj
m) 3 cajas de Petri.
n) 3 plumones de tinta permanente de diferente color (proporcionados por el personal de laboratorio).
o) Papel filtro.

5. REACTIVOS

a) H_2O, agua destilada (gotero)
b) CH_3OH, metanol (gotero)
c) C_6H_{14}, hexano (gotero)
d) CH_3COOH, ácido acético glacial (gotero)
e) CH_3COCH_3, acetona (gotero)
f) $KMnO_4$, permanganato de potasio (frasco)
g) NaCl, cloruro de sodio (frasco)
h) KNO_3, nitrato de potasio (frasco)
i) $CaCl_2$, cloruro de calcio (frasco)
j) $BaSO_4$, sulfato de bario (frasco)
k) NH_2CONH_2, urea (frasco)
l) $C_8H_{17}OH$, 2-octanol (frasco)
m) C_2H_5OH, etanol (botella)
n) $C_3H_8O_3$, glicerina (botella)

6. DESARROLLO

ACTIVIDAD 1

La figura docente verificará que el alumnado posea los conocimientos teóricos necesarios para la realización de la práctica y explicará los cuidados que deben tenerse en el manejo de las sustancias químicas que se emplearán.

ACTIVIDAD 2

Fuerzas intermoleculares

1. Enumere los tubos de ensayo del 1 al 11 y colóquelos en la gradilla.
2. Adicione 10 gotas de cada disolvente en el tubo de ensayo, como lo muestra la columna del disolvente 1 de la Tabla 1.
3. Vierta 10 gotas de disolvente 2 como se indica en la Tabla 1 y agite cada tubo.
4. Anote sus observaciones en la Tabla 1.

Tabla 1.

Tubo de ensayo	Disolvente 1	Disolvente 2	Observaciones
1	hexano	metanol	
2	hexano	ácido acético	
3	hexano	agua	
4	hexano	acetona	
5	metanol	ácido acético	
6	metanol	agua	
7	metanol	acetona	
8	ácido acético	acetona	
9	agua	ácido acético	
10	agua	acetona	

5. Añada 5 gotas de acetona en el tubo 3 y anote a cuál de las dos fases (agua o hexano) se incorpora la acetona. ¿Por qué?
6. Adicione cloruro de sodio en el tubo 10 con la punta de la espátula y agite. ¿Qué sucede? ¿Por qué?
7. Agregue un cristal de permanganato de potasio en el tubo 11, adicione 10 gotas de hexano y agite. Ahora, añada acetona gota por gota, agitando después de cada adición, hasta completar 20 gotas. Explique lo sucedido comparando las fuerzas intermoleculares que se dan entre el permanganato de potasio y el hexano.
8. Escriba en la tabla 2 el tipo de fuerzas intermoleculares que actúan en cada combinación de disolventes.

Tabla 2.

Tubo de ensayo	Disolvente 1	Disolvente 2	Tipo de fuerzas intermoleculares
1	hexano	metanol	
2	hexano	ácido acético	
3	hexano	agua	
4	hexano	acetona	
5	metanol	ácido acético	
6	metanol	agua	
7	metanol	acetona	
8	ácido acético	acetona	
9	agua	ácido acético	
10	agua	acetona	

MANEJO DE RESIDUOS

El contenido de los tubos se verterá en el recipiente de vidrio que está etiquetado como: RESIDUOS DE DISOLVENTES ORGÁNICOS.

ACTIVIDAD 3

Solubilidad

1. Determine la solubilidad en agua de los siguientes compuestos y dependiendo del estado físico de la muestra proceda de la siguiente manera:
    a. Con la punta de la espátula coloque en un tubo de ensayo una pequeña cantidad de la sustancia sólida que se muestra en la tabla 3 y añada aproximadamente 2 [ml] de agua destilada. Agite cuidadosamente para homogeneizar.
    b. Coloque en un tubo de ensayo de 5 a 6 gotas del compuesto líquido, que se muestra en la tabla 3 y añada cerca de 2 [ml] de agua destilada. Agite con cuidado para homogeneizar.
2. Observe qué sustancias se disuelven y cuáles no lo hacen. Anote sus observaciones.
3. Vacíe el contenido de cada tubo de ensayo en el contenedor que se ha dispuesto para almacenar los residuos líquidos.
4. Repita los pasos anteriores con las otras sustancias sólidas y líquidas.
5. Repita los pasos anteriores con el otro disolvente (hexano) y anote sus observaciones en la tabla 4.

Tabla 3. Agua como disolvente polar

Compuesto	Naturaleza del soluto (polar, no polar, iónico)	Solubilidad (soluble, insoluble, parcialmente soluble)
nitrato de potasio		
cloruro de calcio		
sulfato de bario		
urea		
2-octanol		
etanol		
glicerina		

MANEJO DE RESIDUOS

El contenido de los tubos se verterá en el recipiente de vidrio que está etiquetado como: RESIDUOS ACUOSOS.

Tabla 4. Hexano como disolvente que no es polar

Compuesto	**Naturaleza del soluto (polar, no polar, iónico)**	**Solubilidad (soluble, insoluble, parcialmente soluble)**
nitrato de potasio		
cloruro de calcio		
sulfato de bario		
urea		
2-octanol		
etanol		
glicerina		

MANEJO DE RESIDUOS

El contenido de los tubos se verterá en el recipiente de vidrio que está etiquetado como: RESIDUOS DE DISOLVENTES ORGÁNICOS.

ACTIVIDAD 4

Cromatografía en capa fina

1. Corte tres tiras de papel filtro de 3 × 7 [cm] y trace con un lápiz una línea en cada papel a 0.5 [cm] de cada extremo. Rotule con lápiz como se muestra en la figura 1.

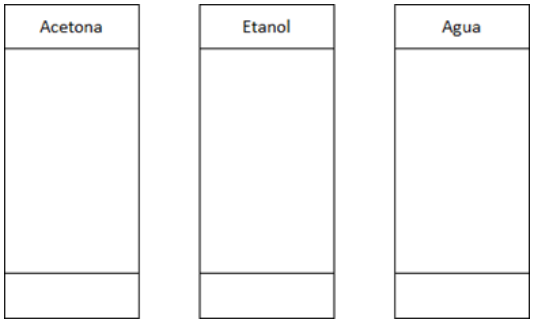


Figura 1.

2. Coloque 2 [ml] de agua en un vaso de precipitados; en otro vaso, 2 [ml] de etanol; y en un tercero, 2 [ml] de acetona. Etiquete los vasos con el nombre del disolvente empleado y tape cada vaso con las tapas de las cajas de Petri (figura 2).

Figura 2.

3. Marque en la parte inferior de cada papel tres puntos de diferentes colores (figura 3) con ayuda de los plumones de tinta permanente.

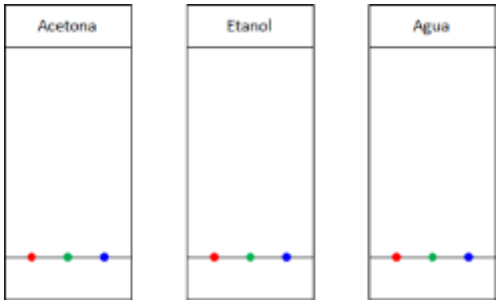


Figura 3.

4. Introduzca los papeles en cada uno de los vasos (figura 4) de acuerdo con la rotulación asignada.

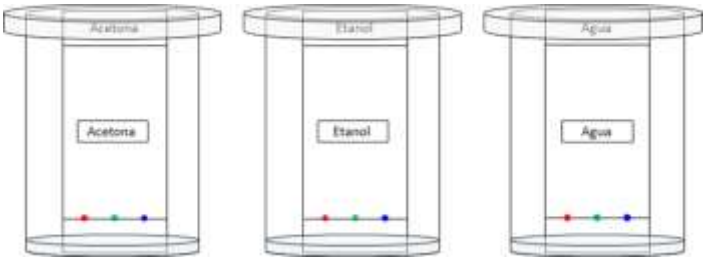


Figura 4.

5. Permita que el disolvente ascienda hasta llegar a la marca superior y retire el papel del vaso para dejar secar sobre la base de la caja de Petri. Deseche los disolventes que usó en los contenedores que indique el profesor.
6. Analice la separación de cada tinta, de acuerdo con su espaciamiento y el arrastre por el disolvente. Por ejemplo, si una tinta no se separó ni ascendió de manera significativa en acetona, pero en agua si ascendió mucho, debe preparar una mezcla acetona-agua al 50 % en volumen.
7. Prepare la mezcla de disolventes para color de tinta y realice nuevamente la cromatografía de cada tinta con la mezcla que le corresponde (figura 5).

Figura 5.

8. Repita el paso 5.

MANEJO DE RESIDUOS

- El agua debe desecharla a la tarja.
- El metanol y la acetona deberá desecharlos en el recipiente etiquetado como RESIDUOS DE DISOLVENTES ORGÁNICOS.
- Si la mezcla de disolventes contiene agua, el contenido de los vasos de precipitados se verterá en el recipiente de vidrio que está etiquetado como: RESIDUOS ACUOSOS.
- Si la mezcla de disolventes contiene únicamente etanol y acetona deberá verterla en el recipiente etiquetado como: RESIDUOS DE DISOLVENTES ORGÁNICOS.

ACTIVIDAD 4

Cromatografía radial

1. La figura docente le indicará la tinta y la mezcla eluyente que se utilizará para la cromatografía radial.
2. Dibuje sobre papel filtro un círculo de papel con ayuda de un lápiz y la tapa de la caja de Petri, recorte el círculo y una vez que lo obtenga dibuje un par de líneas que converjan en el centro del círculo. Realice cortes parciales a lo largo de estas líneas para obtener

una “rebanada” que no se separe de la circunferencia. Es importante que la “rebanada” se mantenga unida al centro. (figura 6).

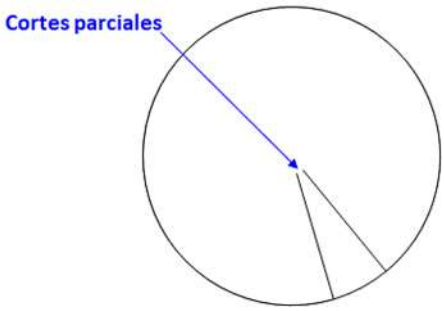


Figura 6.

3. Trace una curva pequeña alrededor del centro (figura 7) con la tinta que asignó el profesor.

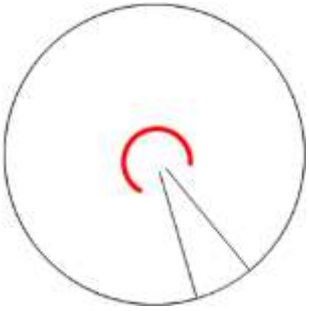


Figura 7

4. Coloque el círculo de papel filtro sobre la caja de Petri y empuje hacia abajo la “rebanada” de tal forma que al colocar el papel sobre la caja de Petri, la “rebanada” quede dentro de la caja.

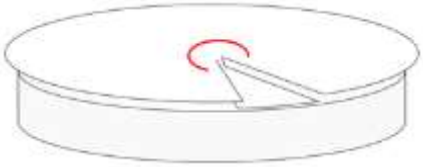


Figura 8.

5. Retire el papel filtro. Ponga la combinación seleccionada de disolventes dentro de la caja de Petri y a continuación coloque el papel filtro sobre la caja, empuje la “rebanada” hacia dentro para que entre en contacto con el líquido y este ascienda y llegue al centro del papel.
6. Deje que el disolvente llegue hasta la orilla del papel.
7. Retire el papel y deje secar sobre la tapa de la caja de Petri.

MANEJO DE RESIDUOS

- Si la mezcla de disolventes contiene agua, el contenido de los vasos de precipitados se verterá en el recipiente de vidrio que está etiquetado como: RESIDUOS ACUOSOS.
- Si la mezcla de disolventes contiene únicamente etanol y acetona deberá verterla en el recipiente etiquetado como: RESIDUOS DE DISOLVENTES ORGÁNICOS.

BIBLIOGRAFÍA

1. Carey, F. A., & Giuliano, R. M. (2014). *Química orgánica*.
2. McMurry, J. (2008). *Química orgánica*.
3. Sgariglia, M. A., Soberon, J. R., Sampietro, D. A., & Vattuone, M. A. (2010). Cromatografía: conceptos y aplicaciones. *Revista Arakuku*, *2*(1), 1-6. Recuperado de https://ri.conicet.gov.ar/handle/11336/75465.

CUESTIONARIO PREVIO
FUERZAS INTERMOLECULARES, SOLUBILIDAD Y CROMATOGRAFÍA

1. ¿Qué es una interacción intermolecular?
2. ¿Cómo se clasifican las interacciones intermoleculares?
3. ¿Cuáles son las características principales de una molécula polar y una no polar?
4. ¿Cómo se puede determinar si una molécula es polar o no polar?
5. ¿Qué es la solubilidad y cuándo es posible disolver una sustancia en otra?
6. Indique si las sustancias siguientes son polares o no polares y cuáles de ellas son solubles en agua:

Sustancia	Tipo de sustancia de acuerdo con su polaridad	¿Es soluble en agua?
agua		
metanol		
hexano		
ácido acético		
acetona		

7. ¿En qué consiste la técnica cromatográfica?
8. Explique en qué consiste la cromatografía en papel y diga para qué se emplea.
9. ¿Qué propiedad de la fase móvil es la responsable principal de la separación en la cromatografía en papel?
10. ¿Qué es la constante dieléctrica y el momento dipolar?

7. BIBLIOGRAFÍA

1. Carey, F. A., & Giuliano, R. M. (2014). *Química orgánica*.
2. McMurry, J. (2008). *Química orgánica*.
3. Sgariglia, M. A., Soberon, J. R., Sampietro, D. A., & Vattuone, M. A. (2010). Cromatografía: conceptos y aplicaciones. *Revista Arakuku*, *2*(1), 1-6. Recuperado de https://ri.conicet.gov.ar/handle/11336/75465.

Práctica 3

DESTILACIÓN

1. SEGURIDAD EN LA EJECUCIÓN

	Peligro o fuente de energía	Riesgo asociado
1	Manejo de reactivos	Son inflamables y tóxicos. Su manejo requiere uso de lentes de seguridad, guantes y una ventilación adecuada.
2	Manejo de material de vidrio	Si es manipulado de forma inadecuada se puede romper en fragmentos filosos.
3	Parrilla eléctrica	Si no se usa con precaución, puede provocar quemaduras en la piel.
4	Termómetro	La densidad del mercurio puede romper la ampolla donde está el contenido. La manipulación inapropiada puede romper el instrumento, lo que genera fragmentos punzocortantes e intoxicación.

2. OBJETIVOS

EL ALUMNADO:

1. Conocerá el proceso de destilación fraccionada y sus características.
2. Distinguirá la diferencia entre la destilación simple y fraccionada.
3. Aplicará la destilación fraccionada con base en la diferencia de los puntos de ebullición de los componentes del thinner.
4. Identificará los componentes de las fracciones obtenidas con base en sus puntos de ebullición.

3. INTRODUCCIÓN

La destilación consiste en calentar un líquido hasta su punto de ebullición, condensar el vapor por enfriamiento y recibir el líquido condensado en otro recipiente.

La destilación simple se utiliza para separar un componente líquido de otros no volátiles, o cuyos puntos de ebullición tienen, cuando menos, 30-40 [°C] de diferencia. Si dos o más componentes de una mezcla son volátiles, se pueden separar con base en sus diferentes puntos de ebullición por medio de una destilación fraccionada

Al evaporar la mezcla, el componente de menor punto de ebullición tendrá una mayor contribución a la composición del vapor que el componente de mayor punto de ebullición. Al condensar, el líquido formado estará más concentrado en el componente de menor punto de ebullición. Si este condensado se volatiliza nuevamente, el vapor en equilibrio con este líquido estará aún más concentrado en el componente más volátil (de menor punto de ebullición) en la fase líquida. Eventualmente, con destilaciones sucesivas se pueden lograr separar ambos componentes.

Una columna de fraccionamiento está diseñada para permitir una serie continua de condensaciones parciales del vapor y vaporizaciones parciales del condensado, y el efecto total es similar a una serie de destilaciones separadas. Una columna de fraccionamiento consiste esencialmente de un tubo largo vertical a través del cual pasa el vapor y se condensa parcialmente; el condensado regresa por la columna y, al hacerlo, se pone en contacto con el vapor ascendente, por lo que hay un intercambio de calor, con lo que el vapor se enriquece con el componente más volátil a expensas del líquido. Una separación eficiente requiere, entre otras cosas, de una gran superficie de contacto entre el líquido y el vapor. Para lograrlo, la columna puede empacarse con perlas de vidrio, fibras metálicas o de plástico; también existen columnas de diseños especiales como la columna Vigreaux en donde el vidrio de la columna tiene una serie de muescas, con lo que aumenta su área superficial.

El thinner es una mezcla de disolventes de naturaleza orgánica, derivados del petróleo, que se utiliza para disolver, diluir o adelgazar sustancias insolubles en agua, como la pintura, los aceites y las grasas. El thinner está compuesto por un disolvente activo, un cosolvente y un diluyente. El disolvente activo es el que tendrá un efecto directo sobre lo que se está disolviendo, el cosolvente potenciará el efecto del disolvente activo y el diluyente dará volumen al producto comercial. El thinner tiene como disolvente principal al tolueno, como cosolvente al benceno y como diluyentes a los demás componentes de la fórmula.

En la tabla siguiente aparecen datos del porcentaje de cada uno de los componentes del thinner, sin embargo, la composición cambia dependiendo del fabricante.

Componente	Porcentaje % v/v
cetonas (acetona)	5
metanol	15
hexano	5
ésteres (acetato de etilo)	15
etanol	5
tolueno	20
xilenos (m-xileno)	5

4. MATERIAL

a) 1 matraz redondo de fondo plano de 50 [ml].
b) 1 refrigerante de Liebig. (*del kit de material*)
c) 1 conexión en T para destilación. (*del kit de material*)
d) 1 punta para destilación. (*del kit de material*)
e) 7 vasos de precipitados de 50 [ml].
f) 1 termómetro de -10 a 200 [ºC].
g) 1 tapón de hule. (*del kit de material*)
h) 2 mangueras.
i) 1 parrilla con agitación.
j) 1 agitador magnético.
k) 2 soportes universales.
l) 3 pinzas de tres dedos.
m) 1 franela
n) columna de Vigreaux (*del kit de material*)
o) re-circulador (bomba de inmersión con mangueras)
p) recipiente de plástico
q) probeta de 10 [ml] (*del kit del material*)

5. REACTIVOS

a) thinner

6. DESARROLLO

ACTIVIDAD 1.

La figura docente verificará que los alumnos posean los conocimientos teóricos necesarios para la realización de la práctica y explicará los cuidados que deben tenerse en el manejo de las sustancias químicas que se emplearán.

ACTIVIDAD 2

<u>Destilación fraccionada</u>

1. Mida 25 [ml] de thinner y colóquelos en el matraz y coloque un agitador magnético en su interior.
2. Arme el dispositivo experimental para la destilación fraccionada (figura 1).
3. Cubra la columna con una franela para que se mantenga constante el calor, tenga cuidado de que la franela no entre en contacto con la parrilla pues puede quemarse.

4. Inicie el calentamiento de forma moderada (como se lo indique el profesor), hasta que empiece a observar que la temperatura en el termómetro aumenta, mantenga entonces dicha temperatura (T1) hasta que finalice el goteo del condensado. Anote el volumen recolectado y la temperatura observada en la tabla 1.
5. A continuación, aumente de forma ligera el calentamiento hasta lograr una nueva temperatura constante (T2) en el termómetro. Recolecte el condensado, mida su volumen y registre la temperatura en la tabla 1.
6. Repita el paso anterior para obtener las siguientes fracciones, recolectando el condensado y midiendo su volumen. Anote los datos correspondientes en la tabla 1.
   NOTA: evite que el matraz de destilación se seque, procure que el residuo en el matraz sea de aproximadamente 5 [ml].

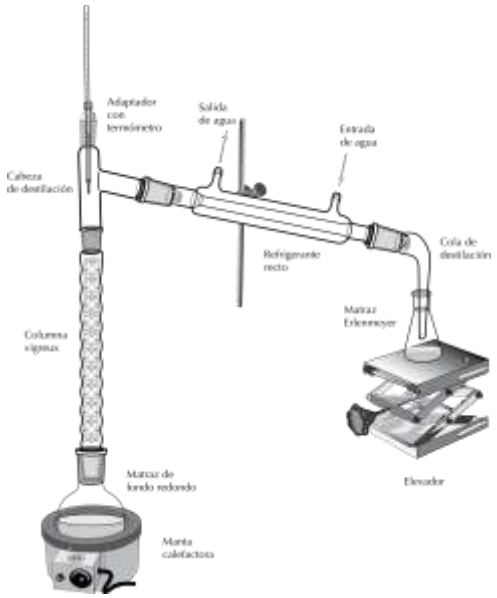


Figura 1. Dispositivo para la destilación fraccionada

Fracciones	Temperatura [ºC]	Volumen recolectado [ml]	% v/v
1			
2			
3			
4			

7. Elabore una gráfica de barras, con el volumen de cada fracción en función de la temperatura a la que se obtuvo. Analice con sus compañeros la gráfica obtenida.

8. Calcule el porcentaje volumen-volumen (% v/v) de cada fracción obtenida experimentalmente y compare su resultado con los porcentajes de la tabla 2.

Tabla 2. Composición del thinner de Comex®

Componente	Porcentaje %	p. eb. [ºC]	Fracción
metanol	≥20 - ≤50	64.7	1
hexano	≥10 - ≤20	68.7	
tolueno	≥20 - ≤50	110.6	2
metilisobutilcetona	≥5 - ≤10	116	
butoxietanol	≥5 - ≤9.3	171	3

ACTIVIDAD 3

1. A partir de lo descrito en la tabla 2. Explique, en qué condiciones se podrían separar los componentes de las fracciones 1 y 2.

MANEJO DE RESIDUOS.

Las fracciones obtenidas y el residuo de la destilación deberán desecharse en el vaso de precipitado etiquetado como DESECHOS DESTILACIÓN.

Estos residuos se clasifican como residuos de disolventes orgánicos no-clorados.

7. BIBLIOGRAFÍA

1. Carey, F. A., Giuliano, R. M. (2014). *Química orgánica*.
2. McMurry, J. (2008). *Química orgánica*.
3. *Hoja de Datos de Seguridad - rullan.com.mx*. (n.d.). Consultado 9 de febrero de 2023 desde https://www.rullan.com.mx/pdfs/HS-Comex-Thinner-estandar.pdf

CUESTIONARIO PREVIO
DESTILACIÓN FRACCIONADA

1. ¿En qué consiste la destilación simple?
2. ¿En qué consiste la destilación fraccionada?
3. ¿Qué es una columna para destilación fraccionada?
4. ¿Cuál es el principio del funcionamiento de una columna de destilación fraccionada?
5. ¿Cuáles son los principales componentes del thinner y sus puntos de ebullición?
6. Investigue qué es una mezcla azeotrópica.
7. Al realizar la destilación fraccionada a una muestra de 500 [ml] de petróleo se obtuvieron los resultados siguientes.

Fracción:	Volumen [ml]
1	20
2	50
3	65
4	200
5	150
6	15

Determine la composición porcentual volumen-volumen de cada fracción en la mezcla.

BIBLIOGRAFÍA

4. Carey, F. A., Giuliano, R. M. (2014). *Química orgánica*.
5. McMurry, J. (2008). *Química orgánica*.
6. *Hoja de Datos de Seguridad - rullan.com.mx*. (n.d.). Consultado 9 de febrero de 2023 desde https://www.rullan.com.mx/pdfs/HS-Comex-Thinner-estandar.pdf

Práctica 4

HALOGENACIÓN DE ALQUENOS

1. SEGURIDAD EN LA EJECUCIÓN

	Peligro o fuente de energía	Riesgo asociado
1	Manejo de material de vidrio	Si es manipulado de forma inadecuada puede romperse en fragmentos filosos.
2	Manejo de reactivos químicos	Es importante que se usen guantes y lentes de seguridad al manipular las sustancias. Las manos deben lavarse antes y después del trabajo con sustancias.

2. OBJETIVOS

EL ALUMNADO:

1. Conocerá el mecanismo de adición electrofílica a un alqueno a través de una halogenación.
2. Preparará un compuesto dibromado a partir de un alqueno.

3. INTRODUCCIÓN

Las reacciones de adición son de las más usuales en los alquenos. Por ejemplo, cuando se añade un halógeno a un alqueno se forma un dihaluro vecinal. Los haluros de alquilo pueden participar en una gran variedad de reacciones, lo que los hace muy importantes en la industria química.

La manera típica de añadir bromo a un alqueno es mediante el uso del bromo, que es una sustancia altamente corrosiva, en un disolvente clorado. Sin embargo, en este experimento de bromación se propone el uso de un reactivo mucho menos riesgoso, y por tanto, de una manipulación más sencilla y segura: el tribromuro de piridinio (figura 1).

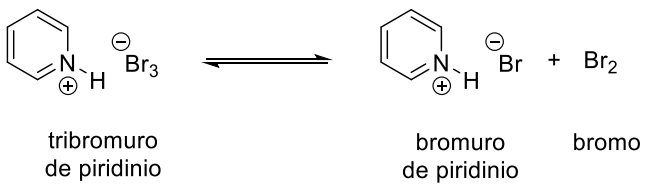
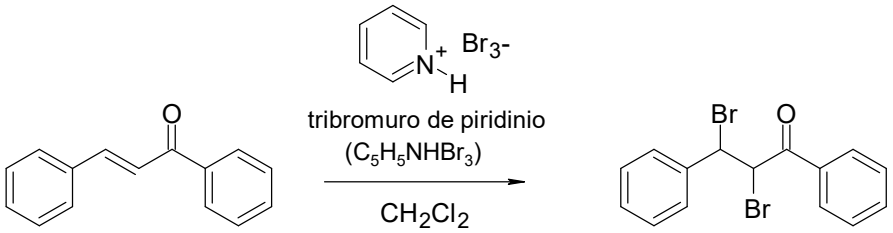


Figura 1. El tribromuro de piridinio establece un equilibrio con el bromuro de piridinio y con bromo diatómico.

En esta práctica se usará el tribromuro de piridinio para la bromación de la benzalacetofenona (chalcona) y se usará el punto de fusión para caracterizar al producto.



benzalacetofenona
($C_{15}H_{12}O$)

dibromuro de benzalacetofenona
($C_{15}H_{12}OBr_2$)

Figura 2. Obtención de dibromuro de benzalacetofenona.

4. MATERIAL

a) 1 matraz redondo de fondo plano de 10 [ml] (*del kit del material*)
b) 1 matraz de Erlenmeyer de 25 [ml] (*del kit del material*)
c) 1 matraz de Büchner de 25 [ml]
d) 2 probetas graduadas de 10 [ml]
e) 1 vaso de precipitados de 30 [ml]
f) 1 vaso de precipitados de 150 [ml]
g) 1 embudo Hirsch
h) 1 agitador magnético
i) 1 espátula de doble punta
j) 1 vidrio de reloj
k) 1 agitador de vidrio
l) 1 pipeta de Pasteur de vidrio (o plástico)
m) 1 bulbo de hule
n) Parrilla con agitación y calentamiento
o) 1 balanza analítica
p) 1 bomba de vacío con mangueras
q) 1 soporte universal
r) 2 pinzas de 3 dedos
s) Papel filtro

t) 1 trozo de hule
u) Equipo para determinación de punto de fusión

5. REACTIVOS

a) $C_{15}H_{12}O_2$, benzalacetofenona
b) $C_5H_5NH^+Br_3^-$, tribromuro de piridinio
c) CH_2Cl_2, diclorometano
d) C_6H_{14}, hexano

6. DESARROLLO

ACTIVIDAD 1.

La figura docente verificará que el alumnado posea los conocimientos teóricos necesarios para la realización de la práctica y explicará los cuidados que deben tenerse en el manejo de las sustancias químicas que se emplearán.

ACTIVIDAD 2

Preparación de dibromuro de benzalacetofenona

1. Disuelva 208 [mg] de benzalacetofenona en un matraz de fondo plano de 10 [ml] con 3 [ml] de diclorometano.
2. Añada lenta y cuidadosamente 336 [mg] de tribromuro de piridinio. Agite aproximadamente durante 20 minutos la mezcla de reacción a temperatura ambiente hasta que todo el sólido se disuelva.
3. Evapore por completo el diclorometano, ya que puede llegar a formarse un sirope en el siguiente paso al añadir el agua.

   NOTA: La evaporación del disolvente debe realizarse lentamente y a calentamiento bajo. Se debe ser cuidadoso al final de dicha evaporación porque existe el riesgo de proyección por sobrecalentamiento.

4. Añada aproximadamente 5 [ml] de agua fría a la mezcla, se deberá obtener un sólido que se filtrará por succión.

MANEJO DE RESIDUOS

El filtrado debe desecharlo en el recipiente etiquetado como RESIDUOS BROMACIÓN.

5. Disuelva el precipitado en una mezcla 1:1 de hexano y diclorometano en un matraz de Erlenmeyer y recristalice el producto. Para llevar a cabo la disolución del precipitado agregue la mezcla de disolventes de 0.5 en 0.5 ml y agite entre cada adición hasta disolución total. Cuide que el volumen utilizado no sea mayor a 5 ml. Puede enfriar el matraz en un baño de hielo-agua (que tendrá en el vaso de precipitados de 150 [ml]) para favorecer la cristalización.
6. Al terminar la cristalización, filtre por succión para separar y secar el producto. Use el embudo Hirsch y el matraz Kitasato, sujete éste último con las pinzas y coloque la pieza de hule entre el embudo y el matraz.

NOTA: Sea cuidadoso al realizar la filtración del sólido. Evite que el disolvente pase a la bomba ya que puede dañarla.

7. Pese el producto y calcule el rendimiento porcentual.

MANEJO DE RESIDUOS

El filtrado debe desecharlo en el recipiente etiquetado como RESIDUOS BROMACIÓN.

8. Determine el punto de fusión del producto para caracterizarlo y organice sus datos en la tabla 2.

Tabla 2. Datos experimentales dibromuro de benzalacetofenona.

Aspecto físico	Rendimiento teórico	Rendimiento experimental	Rendimiento porcentual	punto de fusión (teórico)	punto de fusión (experimental)

7. BIBLIOGRAFÍA

1. Carey, F. A., & Giuliano, R. M. (2014). *Química orgánica*.
2. McMurry, J. (2008). *Química orgánica*.
3. Morrison, R. T. & Boyd, R. N. (1998). *Química orgánica*.
4. Tantayanon, S. (s.f.). *Small scale laboratory: organic chemistry at university level*.

CUESTIONARIO PREVIO
HALOGENACIÓN DE ALQUENOS

1. ¿En qué consiste una adición electrofílica a enlace doble?
2. Describa los pasos en una recristalización simple.
3. Describa los pasos en una recristalización por par de disolventes.
4. Describa los pasos en un filtrado por succión.
5. Investigue en la literatura las propiedades físicas y químicas (aspecto físico, puntos de fusión, etc.) de las sustancias siguientes:
    a) anisaldehído
    b) acetofenona
    c) benzallacetofenona
    d) tribromuro de piridinio
    e) diclorometano
    f) dibromuro de benzalacetofenona.

1. **BIBLIOGRAFÍA**

1. Carey, F. A., & Giuliano, R. M. (2014). *Química orgánica*.
2. McMurry, J. (2008). *Química orgánica*.
3. Morrison, R. T. & Boyd, R. N. (1998). *Química orgánica*.
4. Tantayanon, S. (s.f.). *Small scale laboratory: organic chemistry at university level*.

Práctica 5

SUSTITUCIÓN NUCLEOFÍLICA

1. SEGURIDAD EN LA EJECUCIÓN

	Peligro o fuente de energía	Riesgo asociado
1	Manejo de reactivos y productos químicos	Son corrosivos, inflamables y tóxicos. Su manejo requiere uso de lentes de seguridad, guantes, cubrebocas y una ventilación adecuada.

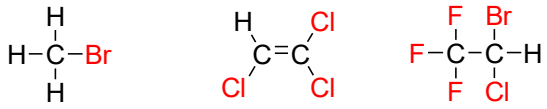
2. OBJETIVOS

EL ALUMNADO:

1. Conocerá el mecanismo de sustitución nucleofílica unimolecular.
2. Preparará e identificará un halogenuro de alquilo a partir de un alcohol terciario.

3. INTRODUCCIÓN

En la naturaleza, desde ciertas plantas marinas hasta la piel de algunos reptiles, se distribuyen miles de halogenuros con una gama de aplicaciones muy extensa. Se pueden usar como pesticidas, como disolventes o incluso como medicamentos (figura 1).



bromometano tricloroetileno halotano

Figura 1. Los halogenuros tienen diversos usos. El bromometano es un fumigante, el tricloroetileno se usa como disolvente y el halotano es un anestésico inhalable.

Aunque se conocen innumerables halogenuros, esta práctica se ocupa de los halogenuros de alquilo. Este tipo de materiales orgánicos consisten en un átomo de halógeno (yodo, cloro, flúor o bromo) unido a un carbono saturado con hibridación sp^3. En el laboratorio, los halogenuros de alquilo se obtienen a partir de la reacción química entre un alcohol y un haluro de hidrógeno, por medio de una sustitución nucleofílica catalizada por ácido.

Este proceso puede ser unimolecular (S_N1) o bimolecular (S_N2), según el tipo de alcohol que se use como reactivo. Los alcoholes primarios reaccionan con haluros de hidrógeno por medio de un mecanismo S_N2; los alcoholes secundarios, por S_N1 y S_N2; y los alcoholes terciarios, por S_N1.

En esta práctica se hará reaccionar un alcohol terciario (2-metil-2-butanol) con un haluro de hidrógeno fuerte (ácido clorhídrico), a través de un mecanismo S_N1, para obtener el halogenuro de alquilo o cloruro terciario que corresponde en este caso.

4. MATERIAL

a) 1 matraz de 25 [ml] de fondo redondo
b) 1 matraz de Erlenmeyer de 25 [ml]
c) 1 matraz de Büchner de 25 [ml]
d) 1 embudo de separación de 25 [ml]
e) 1 vaso de precipitados de 30 [ml]
f) 3 vasos de precipitados de 50 [ml]
g) 1 pipeta graduada de 10 [ml]
h) 1 pipeta graduada de 5 [ml]
i) 1 probeta de 10 [ml]
j) 1 agitador magnético
k) 1 espátula de doble punta
l) 1 propipeta
m) 1 soporte universal
n) 2 pinzas de tres dedos
o) 1 embudo Hirsch
p) 1 bomba de vacío con mangueras
q) 1 parrilla con agitación y calentamiento.
r) 1 balanza analítica
s) 2 pipetas de Pasteur
t) 1 bulbo de hule
u) 2 tubos de ensayo
v) 1 termómetro
w) Piseta

5. REACTIVOS

a) $C_5H_{11}OH$, 2-metil-2-butanol (alcohol *tert*-amílico)
b) HCl 37% m/m, ácido clorhídrico concentrado
c) $NaHCO_3$, bicarbonato de sodio al 5%
d) Na_2SO_4, sulfato de sodio anhidro
e) $AgNO_3$, nitrato de plata al 0.1 [M] (en etanol)
f) NaCl, cloruro de sodio (disolución saturada)
g) KI, yoduro de potasio al 15% m/v
h) agua destilada
i) hielo

6. DESARROLLO

ACTIVIDAD 1

La figura docente verificará que el alumnado posea los conocimientos teóricos necesarios para la realización de la práctica y explicará los cuidados que deben tenerse en el manejo de las sustancias químicas que se emplearán.

ACTIVIDAD 2

Síntesis del 2-cloro-2-metilbutano

1. Coloque el agitador magnético en el matraz de fondo redondo de 25 [ml] y agregue 4 [ml] de 2-metil-2-butanol.
2. Agregue 10 [ml] de ácido clorhídrico al 37% m/m (concentrado) con la pipeta al matraz del inciso anterior.
3. Coloque bajo agitación magnética la mezcla de reacción y continúe con el movimiento durante 10 [min]. La obtención del producto depende de qué tan eficiente sea el mezclado de estas sustancias, por lo que agite **vigorosamente** siempre vigilando para evitar salpicaduras.

ACTIVIDAD 3

Purificación del 2-cloro-2-metilbutano

1. Prepare agua fría para usarla posteriormente. Para ello coloque aproximadamente 30 [ml] de agua destilada en un vaso de precipitados de 50 [ml] y agregue hielo.
2. Transfiera la mezcla de reacción de la actividad 2 con ayuda de la pipeta de Pasteur al embudo de separación. (En caso de no usar la pipeta de Pasteur, realice esta transferencia de forma cuidadosa para evitar que el agitador magnético caiga dentro del embudo).
3. Permita que la mezcla líquida se separe en dos fases. La fase superior contiene al halogenuro de interés.
4. Una vez separadas las fases dentro del embudo, elimine la capa inferior de la mezcla abriendo la llave del embudo de separación. Sea cuidadoso y evite perder parte de la fase superior, reciba la fase inferior en un vaso de precipitados de 50 [ml] etiquetado para desechos acuosos ácidos.

MANEJO DE RESIDUOS.

La fase acuosa ácida deberá desecharse en el vaso etiquetado como RESIDUOS ÁCIDOS FASE ACUOSA.

5. La fase restante que está en el embudo de separación, que corresponde al halogenuro de alquilo, debe lavarla **lo más rápido posible** con agua fría, para ello:
    a. Mida 10 [ml] de agua fría con una probeta y agréguela al embudo.
    b. Tape el embudo y agite vigorosamente manteniendo el embudo con la punta hacia arriba a unos 45 grados, sujete con fuerza el tapón con su mano dominante mientras agita.
    c. Una vez terminada la agitación, mantenga el embudo con la punta hacia arriba y abra la llave del embudo para liberar la presión que se ha generado al interior. **¡Cuidado!** Abra la llave del embudo lentamente para evitar que el líquido en el interior sea expulsado por la presión.
    d. Cierre la llave y coloque sobre las pinzas el embudo con la punta hacia abajo en forma vertical y permita que la mezcla líquida se separe en dos fases.
    e. Retire el tapón y abra la llave para quitar la fase inferior de la misma forma que retiró el HCl en el punto 4.
6. Repita los pasos 4 y 5 pero empleando las siguientes disoluciones:
    a. Primero con 10 [ml] de bicarbonato de sodio al 5% en masa-volumen. **¡Cuidado! En esta etapa hay efervescencia** y la presión al interior del embudo puede aumentar rápidamente. Libere la presión en varias ocasiones.
    b. Posteriormente con 10 [ml] de una disolución saturada de cloruro de sodio.
7. Una vez separada la capa superior, abra la llave del embudo de separación y reciba el líquido en un vaso de precipitados de 30 [ml].
8. Para secar el producto adicione una punta de espátula de sulfato de sodio anhidro y agite. Repita este paso hasta observar que no hay residuos de humedad, es decir que la sal no forme costras en el fondo del vaso.
9. Filtre por succión el sulfato de sodio y separe el líquido correspondiente al producto de reacción.
10. Determine la masa del producto y calcule el rendimiento porcentual del proceso.

MANEJO DE RESIDUOS.
Los lavados con $NaHCO_3$ y salmuera (disolución de NaCl saturada) también deberán desecharse en el vaso etiquetado como RESIDUOS ÁCIDOS FASE ACUOSA.

ACTIVIDAD 4

<u>Identificación del 2-cloro-2-metilbutano</u>

1. Agregue unas gotas del producto de reacción en un tubo de ensayo, adicione dos gotas de nitrato de plata ($AgNO_3$) 0.1 [M] y mezcle. La formación de un precipitado blanco indica que el halogenuro reaccionó con el nitrato de plata. Si este proceso no ocurre en

al menos 5 minutos a temperatura ambiente, caliente la mezcla en baño maría y observe cualquier cambio.

MANEJO DE RESIDUOS.
El contenido del tubo deberá desecharlo en el frasco etiquetado como RESIDUOS DE PRUEBA CON $AgNO_3$.
Este residuo se almacenará de forma separada como residuos de plata.

2. En un tubo de ensayo, adicione 1 [ml] de una disolución de KI al 15%. Agregue dos gotas del producto y mezcle. La formación de dos fases, así como la turbidez al agregar y el cambio de color indican que el halogenuro reaccionó con el yoduro de potasio.

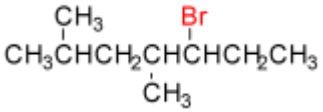
   MANEJO DE RESIDUOS.
   El contenido del tubo deberá desecharlo en el frasco etiquetado como RESIDUOS DE PRUEBA CON KI.
   Este residuo se almacenará con los disolventes orgánicos clorados.

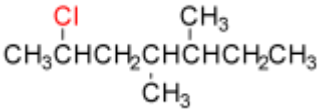
7. BIBLIOGRAFÍA

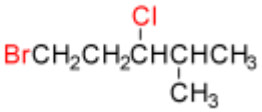
1. Carey, F. A., & Giuliano, R. M. (2014). *Química orgánica*.
2. McMurry, J. (2008). *Química orgánica*.
3. Tantayanon, S. (s.f.). *Small scale laboratory: organic chemistry at university level*.

CUESTIONARIO PREVIO
SUSTITUCIÓN NUCLEOFÍLICA

1. ¿Qué es una reacción de sustitución nucleofílica alifática y cuáles son los dos tipos principales de este tipo de reacciones?
2. ¿En qué consiste una reacción de tipo S_N1 y una de tipo S_N2? Indique las diferencias entre ellas.
3. Investigue cuáles son los alcoholes precursores de los siguientes halogenuros e indique cuál es el mecanismo de sustitución que se llevará a cabo de manera preferente







4. Dibuje el mecanismo de reacción de la obtención de halogenuro de alquilo que se obtendrá al hacer reaccionar 2-metil-2-butanol con ácido clorhídrico por medio de un mecanismo S_N1. Indique el nombre IUPAC e investigue las propiedades físicas y químicas del producto.

BIBLIOGRAFÍA

1. Carey, F. A., & Giuliano, R. M. (2014). *Química orgánica*.
2. McMurry, J. (2008). *Química orgánica*.
3. Tantayanon, S. (s.f.). *Small scale laboratory: organic chemistry at university level*.

Práctica 6

SÍNTESIS DE COMPUESTOS AROMÁTICOS HETEROCÍCLICOS DE INTERÉS INDUSTRIAL: CUMARINAS E INDOLES

SEGURIDAD EN LA EJECUCIÓN

	Peligro o fuente de energía	Riesgo asociado
1	Manejo de reactivos y productos químicos	Son corrosivos, inflamables y tóxicos. Su manejo requiere uso de lentes de seguridad, guantes, cubrebocas y una ventilación adecuada.

1. **OBJETIVOS**

EL ALUMNADO:

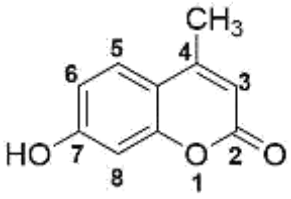
1. Conocerá las características estructurales y algunas propiedades de los compuestos aromáticos heterocíclicos.
2. Realizará la síntesis de una cumarina de uso importante a nivel industrial.
3. Llevará a cabo la síntesis de un indol que se emplea como un colorante por inmersión (a la cuba).
4. Conocerá la justificación química que explica el método de teñido de fibras textiles con el colorante sintetizado.

2. INTRODUCCIÓN

Los compuestos heterocíclicos constituyen una de las familias más grandes y variadas dentro de los compuestos orgánicos. Sus estructuras son muy diversas en complejidad y en general se caracterizan por contener heteroátomos, es decir, átomos distintos a carbono que forman parte integral de la estructura cíclica principal, la cual es muchas veces de tipo aromático.

Muchos de estos compuestos son obtenidos por organismos vivos como parte de procesos metabólicos especiales y debido a esto son sustancias que exhiben una actividad biológica importante que ha impulsado el desarrollo de métodos de síntesis para obtenerlos en laboratorio. Dentro de los compuestos heterocíclicos importantes encontramos a las cumarinas e indoles, así como a sus derivados.

Uno de los derivados metílicos de las cumarinas es la 7-hidroxi-4-metilcumarina (β-metil-umbelliferona), cuya fórmula química condensada es $C_{10}H_8O_3$, se caracteriza por presentar en su estructura, además del grupo hidroxilo en el carbono 7, un grupo metilo en el carbono 4, tal como se muestra en la figura siguiente:

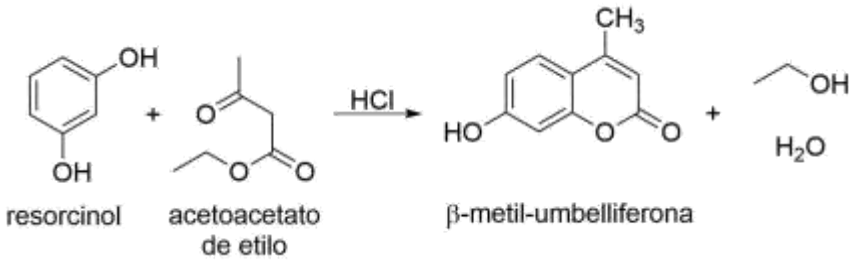


La β-metil-umbelliferona es un polvo blanco o amarillo pálido, que tiene propiedades fluorescentes, es soluble en disolventes orgánicos como metanol, etanol y ácido acético glacial; es ligeramente soluble en éter o cloroformo y prácticamente insoluble en agua fría. Tiene una variedad de aplicaciones a nivel industrial y comercial. En la tabla siguiente se muestran algunas de ellas:

Tabla. Aplicaciones de las cumarinas 7-sustituidas

Aplicación	Características
Diversas bioactividades	Antibacteriana Antihelmíntica Psicoactiva (hipnótica) Antioxidante Inhibidora de la agregación plaquetaria Antimicrobiana Anticoagulante
Otras	Aditivo para alimentos Agente fotoactivo Promotora de fluorescencia Componente de pantallas solares y de bronceadores Aditivo en la preparación de cosméticos, fragancias e insecticidas.

La reacción de von Pechmann y Duisberg es una estrategia sintética para obtener cumarinas sustituidas por condensación entre un fenol *meta*-sustituido y un β-cetoéster o ácidos β-cetocarboxílicos, en presencia de un catalizador ácido. Como resultado, se obtienen cumarinas con buenos rendimientos que poseen sustituyentes en el núcleo de fenol (anillo 2 del heterociclo) y subproductos como agua o etanol (vea el esquema).

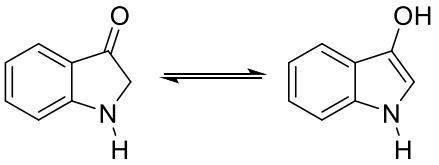


resorcinol — acetoacetato de etilo — β-metil-umbelliferona

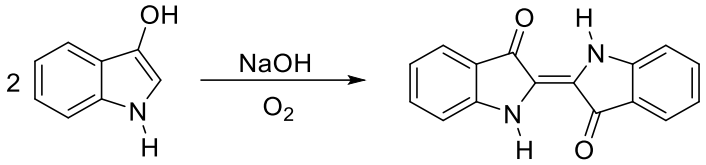
Otro compuesto orgánico heterocíclico es el indol. Su estructura bicíclica consiste en un anillo aromático de seis átomos de carbono fusionado con otros tres átomos: dos de carbono y uno de nitrógeno para dar lugar a un sistema bicíclico de 9 átomos que puede "visualizarse" como una fusión entre un anillo de benceno y uno de pirrol.

Algunos indoles son compuestos que se oxidan fácilmente por el oxígeno y sus derivados son bastante comunes en la naturaleza y algunos de ellos tienen considerable importancia en diversas áreas.

La importancia del 3-hidroxi-indol (indol-3-ol) reside en el hecho de ser fácilmente oxidable por el aire en medio alcalino, dando un colorante azul oscuro muy estable e insoluble llamado índigo. Dicho colorante se ha utilizado desde tiempos antiguos en la industria textil y en la imprenta. En el pasado se preparaba partiendo de una planta (*Indigofera tinctoria*).

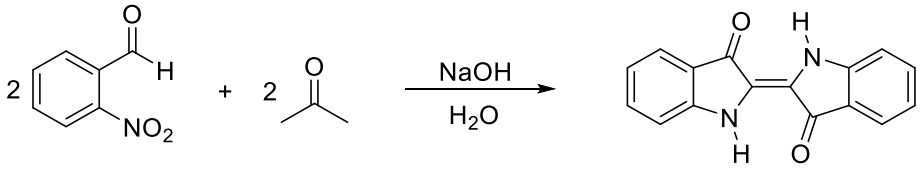


3-indolinona (forma ceto) ⇌ 3-hidroxi-indol (forma enol)



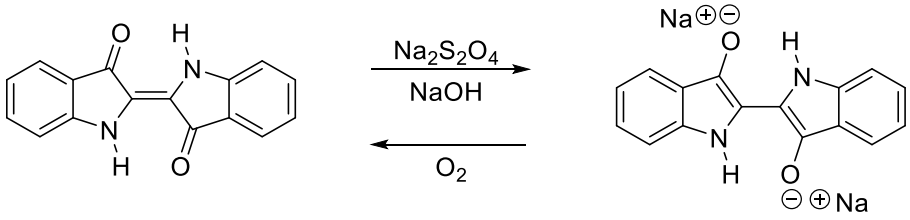
índigo

El índigo se obtuvo de forma sintética por primera vez en 1882 mediante lo que hoy conocemos como el proceso de Baeyer y de Drewsen. Esta reacción consiste en la condensación de orto-nitrobenzaldehído y acetona en medio alcalino y es una de las síntesis más notables dentro de la química orgánica del siglo XIX.



2-nitrobenzaldehído acetona

El índigo fue uno de los primeros ejemplos de colorante “a la tina” (o “a la cuba”) de lo que actualmente se conoce como teñido por inmersión. Dado que estos colorantes son insolubles en agua, se debe realizar la tinción en la forma reducida, la cual sí es soluble en agua. La operación se realiza en una tina donde el colorante se pone a reaccionar con un reductor. Las fibras para teñir se mantienen en la tina durante un cierto tiempo y después se suspenden al aire libre, con lo que se oxida el compuesto y queda sobre las fibras el colorante original.



índigo sal disódica de leucoíndigo

3. MATERIAL

El alumnado deberá traer trozos de telas blancas de algodón y de poliéster de aproximadamente 1 [cm] x 2 [cm]

a) 1 parrilla de calentamiento
b) 1 aparato para determinar el punto de fusión.
c) 1 bomba de vacío.
d) 1 balanza analítica.
e) 1 matraz bola con fondo plano de 10 [ml]
f) 1 matraz de Büchner (matraz de Kitasato) de 25 [ml]
g) 1 embudo Hirsch.
h) 1 matraz de Erlenmeyer de 25 [ml]
i) 1 propipeta de 3 vías
j) 2 espátulas de doble punta.
k) 1 probeta de 10 [ml]
l) 2 pipetas graduadas de 1 [ml]
m) 1 pipeta graduada de 2 [ml]
n) 2 pipetas graduadas de 5 [ml]
o) 1 propipeta de 10 [ml]
p) 3 vasos de precipitados de 30 [ml]
q) 3 vasos de precipitados de 50 [ml]
r) 1 termómetro 0-100 [°C].
s) 1 agitador de vidrio.
t) 2 agitadores magnéticos.
u) Pinzas para cristales
v) Papel filtro
w) 1 pipeta Pasteur
x) 1 soporte universal
y) 1 pinza de tres dedos

4. REACTIVOS

a) HCl, ácido clorhídrico concentrado.
b) $C_6H_{10}O_3$, acetoacetato de etilo.
c) CH_3OH, metanol.
d) $C_6H_6O_2$, resorcinol.
e) $C_7H_5NO_3$, 2-nitrobenzaldehído.

f) C_3H_6O, acetona.
g) NaOH, hidróxido de sodio, disolución 2 [M].
h) $Na_2S_2O_4$, hidrosulfito de sodio.
i) C_2H_5OH, etanol.
j) Hielo.

5. DESARROLLO

ACTIVIDAD 1

La figura docente verificará que el alumnado posea el conocimiento teórico para llevar a cabo la práctica y dará las recomendaciones necesarias para el manejo del equipo y las sustancias químicas.

ACTIVIDAD 2

FORMACIÓN DE CUMARINAS

a. A un matraz bola de fondo plano de 10 [ml] introduzca un agitador magnético y adicione 0.5 [ml] de acetoacetato de etilo y 0.413 [g] de resorcinol. Enseguida adicione poco a poco 1 [ml] de HCl.
b. Caliente la mezcla de reacción a 30 [°C] durante 25 minutos sin dejar de agitar con el agitador magnético. Al término del tiempo establecido, retire con cuidado el agitador magnético.
c. Coloque 15 [ml] de una mezcla agua-hielo en un vaso de precipitados de 30 [ml]. De este volumen use 10 [ml], colóquelos en otro vaso de precipitados de 30 [ml] y vierta lentamente la mezcla de reacción sobre ellos. Agite vigorosamente y de forma constante el agua con la varilla de vidrio mientras vierte la mezcla de reacción, ya que de lo contrario se forma una pasta resinosa. En caso de que se forme, mantenga la agitación hasta que no se pegue dicha pasta.

d. Separe el sólido formado por filtración con succión, con ayuda de la bomba de vacío y lave con el agua helada (no use más de 5 [ml]). Arme un dispositivo como el de la figura siguiente:

MANEJO DE RESIDUOS.
El filtrado se desecha en el vaso de precipitados etiquetado como RESIDUOS ACUOSOS DE CUMARINA.

e. En un vaso de precipitados de 30 [ml], caliente aproximadamente 5 [ml] de etanol. Recristalice el producto obtenido por medio de un par de disolventes utilizando, aproximadamente, 1.5 [ml] de etanol caliente y 1 [ml] de agua fría.

f. Seque el sólido por succión, determine su masa y punto de fusión, finalmente calcule el rendimiento porcentual.

MANEJO DE RESIDUOS

El filtrado se desecha en el vaso de precipitados etiquetado como RESIDUOS RECRISTALIZACIÓN DE CUMARINA.

El sólido se guarda en un vial y el papel filtro se desechará en el vaso de precipitados etiquetado como PAPEL FILTRO USADO.

ACTIVIDAD 3

SÍNTESIS DEL ÍNDIGO y PRUEBA DE TEÑIDO

a. En un vaso de precipitados de 50 [ml] introduzca un agitador magnético, agregue 0.25 [g] de 2-nitrobenzaldehído y 1 [ml] de acetona hasta disolución total.
b. Agregue 0.5 [ml] de una disolución de NaOH 2 [M] gota a gota, mezclando vigorosamente. Observe que se presenta un cambio de color de verde a café y verifique que la reacción es exotérmica.
c. A la mezcla de reacción anterior agregue 1 [ml] de etanol y 3 [ml] de la disolución de NaOH 2[M].
d. Prepare en un vaso de precipitados de 50 [ml] una disolución de hidrosulfito de sodio (una pequeña cantidad proporcional a la punta de la espátula) en 20 [ml] de agua.
e. A continuación, agregue la disolución de hidrosulfito de sodio al vaso de precipitado con Indigo.
f. Caliente la mezcla en la parrilla y, con ayuda de un termómetro, asegúrese de que la temperatura permanezca entre 70 y 80 [°C].
   NOTA: Es importante mantener la temperatura en ese rango para que el agua no alcance su punto de ebullición. De esa manera se evita que la mezcla se proyecte fuera del matraz.
g. Cuando la mezcla adquiera un color amarillo claro, sumerja las dos piezas de tela, de algodón y de poliéster, y déjelos ahí durante 2 [min].
h. Al terminar el tiempo, retire las piezas de tela y colóquelas entre dos toallas de papel para absorber el líquido residual.
i. Permita que las piezas de tela se sequen al aire para que el color se desarrolle.

j. Cuando el color aparezca, enjuague las piezas de tela en la tarja hasta que el agua de lavado sea clara. Deje secar al aire las piezas de tela teñida y compare los resultados para cada una de ellas.

MANEJO DE RESIDUOS

La disolución usada para la tinción se colocará en el vaso de precipitados etiquetado como RESIDUOS DE INDIGO.

6. BIBLIOGRAFÍA

1. Acheson, R. M. (1976). *An introduction to the Chemistry of Heterocyclic Compounds*.
2. von Baeyer, A., & Drewsen, V. (1882). Darstellung von Indigblau aus Orthonitrobenzaldehyd. *Ber. Dtsch. Chem. Ges.*, *15*(2), 2856-2864. Recuperado de https://doi.org/10.1002/cber.188201502274.
3. Giral, F., & Rojahn, C. A. (1966). *Productos Químicos y Farmacéuticos*.
4. Fitton, A. O., & Smalley, R. K. (1968). *Practical Heterocyclic Chemistry*.
5. O'Sullivan, D. G. (1960). 657. Vibrational frequency correlations in heterocyclic molecules. Part VI. Spectral features of a range of compounds possessing a benzene ring fused to a five-membered ring. *J. Chem. Soc.*, *0*, 3278-3284. Recuperado de https://doi.org/10.1039/JR9600003278.
6. Sadler, P. W. (1956). Absorption Spectra of Indigoid Dyes. *J. Org. Chem., 21*(3), 316-318. Recuperado de https://doi.org/10.1021/jo01109a014
7. Weissberg, A., & Taylor, E. C. (1977). *The Chemistry of Heterocyclic Compounds*. https://doi.org/10.1016/C2013-0-12494-4.

CUESTIONARIO PREVIO

SÍNTESIS DE COMPUESTOS AROMÁTICOS HETEROCÍCLICOS DE INTERÉS INDUSTRIAL: CUMARINAS E INDOLES

1. ¿Qué es un compuesto aromático?
2. Escriba las características de los compuestos aromáticos heterocíclicos y señale sus diferencias con el benceno.
3. La β-metil-umbelliferona (7-hidroxi-4-metilcumarina) se encuentra en algunos productos naturales. Escriba dos fuentes naturales de donde se puede obtener.
4. Algunas cumarinas se emplean para preparar ungüentos para protegerse de los rayos U.V. Mencione 2 cumarinas que se empleen para tal fin y explique brevemente el fundamento de esta propiedad.
5. Si emplea fenol en lugar de resorcinol para obtener cumarina, ¿cuál cumarina se obtiene? Escriba la reacción.
6. Describa el método industrial más empleado para obtener el índigo sintético.
7. ¿Por qué el índigo es un producto tan intensamente colorido?
8. ¿Qué papel desempeña el NaOH en la reacción de Baeyer-Drewsen?
9. ¿Cuáles son las etapas del proceso a las que se somete el añil para la obtención de fibras teñidas?

BIBLIOGRAFÍA

1. Acheson, R. M. (1976). *An introduction to the Chemistry of Heterocyclic Compounds*.
2. von Baeyer, A., & Drewsen, V. (1882). Darstellung von Indigblau aus Orthonitrobenzaldehyd. *Ber. Dtsch. Chem. Ges.*, *15*(2), 2856-2864. Recuperado de https://doi.org/10.1002/cber.188201502274.
3. Giral, F., & Rojahn, C. A. (1966). *Productos Químicos y Farmacéuticos*.
4. Fitton, A. O., & Smalley, R. K. (1968). *Practical Heterocyclic Chemistry*.
5. O'Sullivan, D. G. (1960). 657. Vibrational frequency correlations in heterocyclic molecules. Part VI. Spectral features of a range of compounds possessing a benzene ring fused to a five-membered ring. *J. Chem. Soc.*, *0*, 3278-3284. Recuperado de https://doi.org/10.1039/JR9600003278.
6. Sadler, P. W. (1956). Absorption Spectra of Indigoid Dyes. *J. Org. Chem., 21*(3), 316-318. Recuperado de https://doi.org/10.1021/jo01109a014
7. Weissberg, A., & Taylor, E. C. (1977). *The Chemistry of Heterocyclic Compounds*. https://doi.org/10.1016/C2013-0-12494-4.

Agradecimientos especiales:

La práctica 4. Halogenación de alquenos fue diseñada y validada gracias al apoyo de DGAPA a través del proyecto PAPIME – PE108924.