

	<b>Laboratorio de Química Orgánica II</b>	<b>Código</b>	FLA-23 V. 00
		<b>Página</b>	1 de 4

**Universidad de Pamplona  
Departamento de Química**

**Prácticas de Laboratorio  
Química Orgánica II**

**Andrés Gualdrón, Ph.D.**

**Pamplona, marzo de 2019**

	<b>Laboratorio de Química Orgánica II</b>	<b>Código</b>	FLA-23 V. 00
		<b>Página</b>	2 de 4

## 1. TITULO

# Práctica N°1: Síntesis de 3-[(4-metilfenil)imino]-1,3-dihidro-2h-indol-2-ona por mecanoquímica

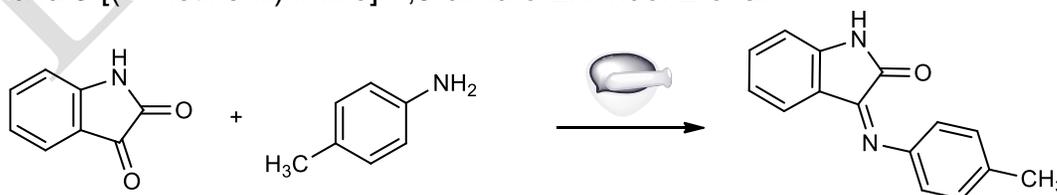
## 2. OBJETIVOS

- Aplicar conceptos de la química verde a la síntesis de 3-[(4-metilfenil) imino]-1,3-dihidro-2h-indol-2-ona.
- Ser capaz de proponer mecanismos de reacción para la obtención del compuesto deseado.

## 3. MARCO TEÓRICO

Cuando un sólido se somete a molienda, le pueden ocurrir todos o algunos de los siguientes procesos: Reducción del tamaño de las partículas, generación de nuevas superficies, formación de dislocaciones y defectos puntuales en las estructuras cristalinas, transformaciones de fase en materiales polimórficos, reacciones químicas de diversos tipos: descomposiciones, intercambio iónico, oxidación – reducción, formación de aductos o complejos, entre otras. En la molida de dos sustancias se generan transformaciones complejas ya que la energía mecánica rompe el orden de la estructura cristalina, produce roturas y nuevas superficies. En los puntos de colisión de los sólidos, éstos se deforman e incluso funden, formando puntos calientes donde las partículas pueden alcanzar una muy elevada energía vibracional que lleva a la ruptura de los enlaces. Los resultados de la mecanoquímica dependen de muchos parámetros, tales como la velocidad de molienda (rpm), el tiempo de molienda, la atmosfera de la molienda, así como el tipo de molino.

La p-toluidina actúa como nucleófilo y ataca al grupo carbonilo, formando un enlace C-N. Después, el oxígeno aniónico captura un protón del nitrógeno catiónico y se forma la carbinolamina. La etapa de la deshidratación comienza con la protonación del oxígeno de la carbinolamina. El oxígeno protonado de la carbinolamina pierde agua para formar un carbocatión estabilizado por el nitrógeno, finalmente el carbocatión estabilizado por el nitrógeno es el ácido conjugado de la imina, la cual por transferencia de protón al agua se forma la 3-[(4-metilfenil) imino]-1,3-dihidro-2H-indol-2-ona.



**Esquema 1.** Formación mecanoquímica de la imina a partir de isatina y p-toluidina.

	<b>Laboratorio de Química Orgánica II</b>	<b>Código</b>	FLA-23 V. 00
		<b>Página</b>	3 de 4

#### 4. MATERIALES, EQUIPOS E INSUMOS

Mortero con pistilo, tres vidrios de reloj, dos espátulas, dos vasos de 100mL.

#### 5. REACTIVOS

Isatina

p-toluidina.

#### 6. PROCEDIMIENTO

Pesar 4,249 mmol de Isatina y 4,386 mmol de p-toluidina, posteriormente llevar a un mortero e iniciar a molturar energéticamente y de manera continua por dos horas en un solo sentido, ya sea horario o antihorario, hasta observar un color amarillo y que el material se desprenda del mortero, Por último, hacer seguimiento a la reacción por IR-ATR, del producto y los materiales de partida.

#### 7. NIVEL DE RIESGO

Muchos de estos compuestos son tóxicos y/o cancerígenos. No dejar botellas abiertas o muestras reposando en el área de trabajo. Preparar las soluciones en la vitrina extractora de gases. Limpiar cualquier derrame. Disponer de los desechos orgánicos en los contenedores apropiados.

#### 8. BIBLIOGRAFÍA

[1][http://www.fq.uh.cu/dpto/qi/images/stories/pog/pag/maestria/sintesis\\_inorganica\\_web\\_cuarta\\_edicion/conf\\_9.html](http://www.fq.uh.cu/dpto/qi/images/stories/pog/pag/maestria/sintesis_inorganica_web_cuarta_edicion/conf_9.html) [consultada 20 de enero del 2012]

[2] K. WIECZOREK-CIUROWA., K. GAMRAT. Some Aspects of Mechanochemical Reactions. En: Materials Science-Poland, 2007, 25, 1.

	<b>Laboratorio de Química Orgánica II</b>	<b>Código</b>	FLA-23 V. 00
		<b>Página</b>	4 de 4

## 1. TITULO

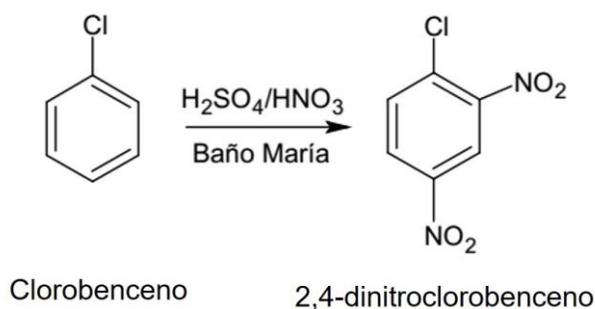
### Práctica N°2: Obtención del 2,4-dinitroclorobenceno

## 2. OBJETIVOS

- Efectuar en el laboratorio una reacción de nitración dentro del mecanismo general de sustitución electrofílica aromática, S<sub>E</sub>A.
- Obtener un derivado dinitrado partiendo de un sustrato aromático con un grupo desactivador, orientador orto- y para-.

## 3. MARCO TEÓRICO

La nitración es el proceso por el cual se efectúa la unión del grupo nitro (NO<sub>2</sub><sup>+</sup>) a un átomo de carbono, lo que generalmente tiene efecto por sustitución de un átomo de hidrógeno. Es una de las reacciones químicas comercialmente más importantes. Se trata de la reacción entre un compuesto orgánico y un agente nitrante (por ejemplo, el ácido nítrico) que introduce un grupo nitro (-NO<sub>2</sub>). La nitración de la acetanilida es una reacción de sustitución electrofílica aromática (S<sub>E</sub>Ar) 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 (NO<sub>2</sub><sup>+</sup>) se produce preferentemente en la posición para-.



**Esquema 2.** Reacción de S<sub>E</sub>A para la obtención de 2,4-dinitroclorobenceno a partir de clorobenceno como sustrato de partida.

## 4. MATERIALES, EQUIPOS E INSUMOS

- |  |                                 |
|--|---------------------------------|
| 1 Adaptador (tapón de hule con tubo de vidrio) | 1 Parrilla con agitación        |
| 1 Agitador de vidrio                           | 2 Pinzas de tres dedos con nuez |
| 1 Barra de agitación magnética                 | 1 Pipeta graduada de 10 mL      |
| 1 Buchner con adaptador de hule                | 1 Probeta de 25 mL              |
| 1 Embudo de filtración rápida                  | 1 Recipiente de peltre          |
| 1 Espátula                                     | 1 Recipiente para baño María.   |
| 1 Manguera de 30 cm                            | 1 Termómetro de -10 a 400 °C    |

	<b>Laboratorio de Química Orgánica II</b>	<b>Código</b>	FLA-23 V. 00
		<b>Página</b>	5 de 4

1 Matraz Erlenmeyer de 125 mL  
 1 Matraz Erlenmeyer de 250 mL  
 1 Matraz Kitazato de 250 mL con manguera.

1 Trampa de humedad.  
 1 Vaso de precipitado de 250 mL.

## 5. REACTIVOS

Ácido nítrico concentrado  
 Ácido sulfúrico concentrado  
 Clorobenceno R.A.  
 Etanol

## 6. PROCEDIMIENTO

Colocar en un matraz erlenmeyer de 250 mL, 15 mL ácido nítrico concentrado ( $d = 1.4$ ). Sobre el ácido nítrico, agregar lentamente y agitando cuidadosamente 15 mL de ácido sulfúrico concentrado. Colocar el matraz en un baño María y agregar gota a gota agitando, 3 g de clorobenceno (2.7 mL). Calentar la mezcla en baño maría durante 30 minutos, sin dejar de agitar constantemente. Vaciar el contenido del matraz lentamente a un vaso de precipitado de 250 ml, que contenga alrededor de 50 g de hielo picado. Agitar la mezcla vigorosamente y filtrar el precipitado al vacío. Lavar el producto en el embudo con 100 mL de agua helada. Cristalizar de etanol. Pesar, calcular rendimiento práctico, determinar punto de fusión.

## 7. NIVEL DE RIESGO

- (1) El 2,4-dinitroclorobenceno es un producto muy irritante pues reacciona con los grupos amígenos de las proteínas de la piel, por lo cual debe evitarse su contacto. En caso de sentir irritación en alguna parte de la piel, lavar con agua y alcohol.
- (2) La mezcla de reacción debe ser agitada constantemente con objeto de obtener el compuesto dinitrado. Si no se hace así se obtiene el compuesto mononitrado líquido.
- (3) Al vaciar la mezcla de reacción sobre hielo picado, debe agitarse vigorosamente, tratando de obtener partículas lo más pequeñas posibles.
- (4) Al hacer la recrystalización del producto, se debe agitar y raspar las paredes del vaso, colocado dentro del hielo, para favorecer la formación de forma alotrópicas alfa (p.f. 53.4°C). Las formas beta y gamma funden a 43° y 27°C respectivamente y en caso de no efectuar correctamente la recrystalización, son contaminantes del compuesto alfa.
- (5) El producto deberá guardarse en un lugar fresco, ya que el calor del ambiente será suficiente para fundirlo.

	<b>Laboratorio de Química Orgánica II</b>	<b>Código</b>	FLA-23 V. 00
		<b>Página</b>	6 de 4

## 8. BIBLIOGRAFÍA

[1] G. K. HELMKAMP & H. W. JOHNSON JR, Selectes Experiments in Organic Chemistry, Freeman & Co. Editorial London, 1964. pág. 107.

[2] R. T. MORRISON Y R. N. BOYD., Química Orgánica 3a Edición, Fondo Educativo Interamericano, S. A. México (1976).

[3] The Merck Index, 8th Edition, Merck & Co. Inc. Rahway N. J. U.S.A., 1968, pág. 242.

EN REVISIÓN

	<b>Laboratorio de Química Orgánica II</b>	<b>Código</b>	FLA-23 V. 00
		<b>Página</b>	7 de 4

## 1. TITULO

### Práctica N°3: Síntesis del benzotriazol

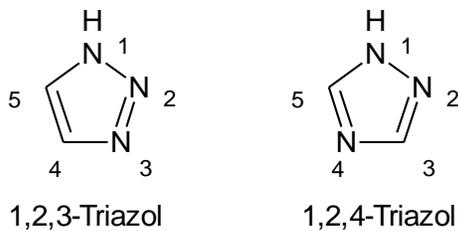
## 2. OBJETIVOS

Efectuar la síntesis del benzotriazol mediante reacciones de diazotación y copulación de los grupos amino primarios con  $\text{NaNO}_2$  en medio ácido, para obtener la respectiva sal de diazonio y su posterior reacción de desplazamiento nucleofílico.

## 3. MARCO TEÓRICO

Un grupo azo es un grupo funcional del tipo  $\text{R-N=N-R}'$ , en donde R y R' son grupos que contienen átomos de carbono, y los átomos de nitrógeno están unidos por un enlace doble. Los compuestos que contienen el enlace  $\text{-N=N-}$  se denominan azocompuestos o compuestos azoicos. La conocida fabricación de los azocompuestos, tiene lugar a la diazotación de una arilamina primaria, obteniéndose la sal de diazonio requerida. Para la diazotación se emplea ácido nitroso, que se obtiene por la disolución de nitrito de sodio en agua y posterior adición de ácido clorhídrico. Ahora esta se hace reaccionar con una amina aromática o un compuesto alcohólico con objeto de formar el colorante. Esta reacción es conocida como de acoplamiento o copulación; se realiza en medio ácido en el caso de las aminas o en medio básico en el caso de los alcoholes.

Cuando el grupo azo está conjugado con uno o más anillos aromáticos, el compuesto que lo contiene absorbe radiación electromagnética en el espectro visible, por lo cual presenta una coloración y, además, ésta es intensa. Los azocompuestos pueden ser amarillos, anaranjados, rojos, azules y verdes, lo que depende de la estructura exacta de la molécula; pero no tienen gran valor práctico como colorantes a causa de su baja solubilidad en agua. La introducción en ellos de otros grupos como el sulfónico, no tiene efecto sobre el color, pero hace a la molécula del colorante soluble en agua, lo cual es un resultado de valor comercial. En los compuestos con grupos azo, se encuentran principalmente los triazoles, los cuales son compuestos químicos isoméricos con la fórmula  $\text{C}_2\text{H}_3\text{N}_3$ , con 5 miembros de anillo de dos átomos de carbono y tres de átomos de nitrógeno.

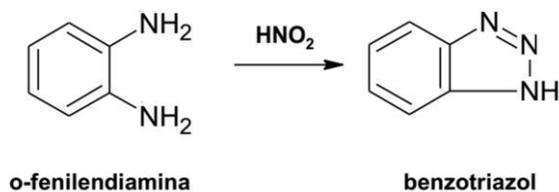


**Figura 1.** Isómeros de Triazol.

	<b>Laboratorio de Química Orgánica II</b>	<b>Código</b>	FLA-23 V. 00
		<b>Página</b>	8 de 4

El Benzotriazol es un azocompuesto heterocíclico cristalino que asume una coloración que puede variar de blanco a marrón claro; también se conoce con el nombre de Azimidobenceno. Este compuesto es muy poco soluble en el agua, gracias a la acción que ejerce su anillo aromático, pero es soluble en alcohol etílico y en benceno. Se utiliza como producto de partida en la elaboración de algunos fármacos, en fotografía como componente de reveladores, o como componente de recubrimientos metálicos para evitar la corrosión, especialmente de cobre.

El benzotriazol o azimidobenceno forma parte de la familia de sustancias químicas orgánicas caracterizadas por la presencia de un grupo peculiar que contiene nitrógeno, unido a un anillo aromático (también está caracterizado dentro del grupo de 1, 2, 3-triazoles). Su reactivo de partida es la o-fenilendiamina, la cual, para el proceso de diazotación reacciona con nitrito de sodio ( $\text{NaNO}_2$ ) y ácido acético ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ), y la copulación se realiza a partir del segundo grupo amino que sobra presente en su estructura, después de la diazotación. Para este proceso se utiliza ácido acético y no ácido clorhídrico ( $\text{HCl}$ ), ya que un medio excesivamente ácido tendería a convertir a la amina en su sal. A mayor acidez, mayor proporción de la amina podría existir en su forma de sal de amonio, disminuyendo, probablemente, la velocidad de la posterior copulación. El grupo azo característico de los compuestos azoicos también es susceptible a reducirse, dando lugar a la misma formación de aminas aromáticas. Algunas de estas arilaminas aromáticas tienen un potencial cancerígeno considerablemente grande.



**Esquema 3.** Obtención de benzotriazol durante la diazotación/copulación de la o-fenilendiamina.

#### 4. MATERIALES, EQUIPOS E INSUMOS

1 Erlenmeyer	1 Equipo de filtración por succión
1 Baño de agua	1 Placa calefactora con agitación
1 Bücher y Kitasatos	1 Embudo cónico y filtro de pliegues

#### 5. REACTIVOS

o-fenilendiamina  
 Ácido acético glacial  
 Nitrito sódico

	<b>Laboratorio de Química Orgánica II</b>	<b>Código</b>	FLA-23 V. 00
		<b>Página</b>	9 de 4

## 6. PROCEDIMIENTO

Disolver 5.4 g de o-fenilendiamina en una mezcla de 6 g (5.5 mL) de ácido acético glacial y 15 mL de agua en un erlenmeyer de 250 mL. Calentar ligeramente si es necesario para lograr la disolución total de la mezcla. Enfriar la disolución en un baño de agua fría y añadir de golpe una disolución de 3.8 g de nitrito de sodio en 8 mL de agua sin dejar de agitar durante todo el proceso. La mezcla de reacción se calienta pudiendo llegar hasta 85 °C, momento en el que comienza a enfriarse, pudiéndose observar un cambio en la coloración de la mezcla de reacción (de rojo oscuro a marrón claro). Se sigue agitando durante 15 minutos y la mezcla se introduce en un baño de hielo durante 30 minutos más. Se filtra a vacío (placa filtrante) el sólido que aparece y se lava tres veces con agua destilada fría. El sólido obtenido es benzotriazol. Para purificar el benzotriazol se disuelve en 65 mL de agua hirviendo y se añade carbón activo. Se filtra por gravedad, en caliente, utilizando un embudo y filtro de papel de pliegues. El filtrado que se recoge (que debe ser transparente) se deja enfriar en un baño de hielo hasta que precipita completamente el benzotriazol puro. Se filtra el sólido por succión, se deja secar en corriente de aire y se pesa para calcular el rendimiento.

## 7. NIVEL DE RIESGO - NOTAS

El benzotriazol sólido color blanco o marrón claro, con punto de fusión igual a 98.5°C, nocivo e irritante para el medio ambiente. La sustancia se descompone al calentarla intensamente, produciendo gases tóxicos incluyendo anilina y nitrobenzeno. La disolución en agua es un ácido débil. Puede explotar al destilar mal vacío. Las partículas de la sustancia finalmente dispersas forman mezclas explosivas en el aire.

## 8. BIBLIOGRAFÍA

[1] K. PETER C. VOLLHARDT.; "Química Orgánica", Barcelona: Ediciones Omega S.A. ISBN 84-282-0882-4 (1994).

[2] BREWSTER, R. Q.; VNADERWERF, C. A.; MCEWEN W. E; "Curso de Química Orgánica Experimental"; Ed. Alambra; Madrid, (1978).

[3] VOGEL, A. "Practical Organic Chemistry"., Langman Scientific & Technical and Wiley: New York, (1989)

[4] CHAVON, RENEE WILKERSON. "Benzotriazole mediated synthesis of N-acylbenzotriazoles and 2H-azirines"., Tesis of Master of science, university of Florida (2003)

	<b>Laboratorio de Química Orgánica II</b>	<b>Código</b>	FLA-23 V. 00
		<b>Página</b>	10 de 4

[5] KATRITZKY, A.R.; PASTOR, A.; VORONKOV, M.V. J. "Heterocycl". Chem. 1999, 36, 777.

[6] KATRITZKY, A.R.; SHOBANA, N. et al. "Tetrahedron" 1992, 48, 7817.

[7] KAZUYUKI, SUZUKI. "Benzotriazole mediated synthesis of heterocyclic compounds and acylations utilizing N-acylbenzotriazoles"., Tesis of Doctor on Philosophy, university of Florida (2004).

EN REVISIÓN

	<b>Laboratorio de Química Orgánica II</b>	<b>Código</b>	FLA-23 V. 00
		<b>Página</b>	11 de 4

## 1. TITULO

### Práctica N°4: Preparación de naranja de metilo a partir de ácido sulfanílico y N,N-dimetilanilina

## 2. OBJETIVOS

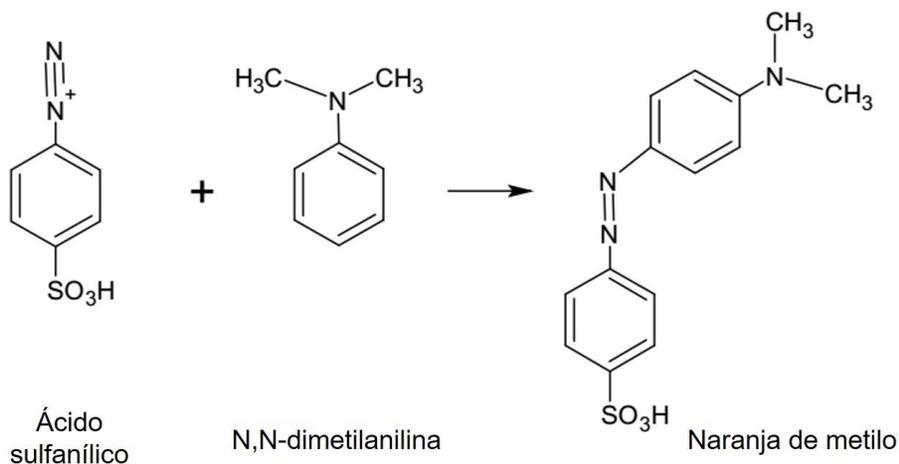
- Diazotación de una sustancia aromática que contenga un grupo amino primario.
- Preparación de una disolución de algún compuesto amino-aromático en un ácido diluido o de una sustancia fenólica en un álcali diluido.
- Preparación de naranja de metilo desde ácido sulfanílico y N,N-dimetilanilina.

## 3. MARCO TEÓRICO

Cada tipo de amina genera un producto diferente al reaccionar con el ácido nitroso,  $\text{HNO}_2$ . Este reactivo inestable se forma en presencia de la amina por acción de un ácido mineral sobre nitrito de sodio. Cuando una amina aromática primaria, disuelta o suspendida en un ácido mineral acuoso frío se trata con nitrito de sodio, se forma una sal de diazonio. Puesto que éstas descomponen lentamente, aún a la temperatura de un baño de hielo, se emplean sus soluciones de inmediato, una vez preparadas. La reacción de diazotación fue puesta a punto por Peter Griess en 1860. Esta reacción tiene lugar entre una amina primaria aromática y  $\text{NaNO}_2$  en presencia de  $\text{HCl}$  o  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , para formar una sal de diazonio. Estos compuestos son indispensables intermedios para la formación de pigmentos azo y son muy útiles para reemplazar un grupo amino por un grupo hidroxilo (-OH), halógeno, etc..

La cantidad de  $\text{NaNO}_2$  es la estequiométrica, pero el  $\text{HCl}$  debe estar en exceso para prevenir la diazotación parcial y condensación. Si la diazotación ocurre satisfactoriamente, la amina debe encontrarse en disolución acuosa ácida. Una vez formada, la sal diazonio no se aísla y debe ser utilizada rápidamente en la etapa siguiente, puesto que las reacciones de diazotación generalmente son exotérmicas y las sales de diazonio se descomponen con facilidad si no se enfría el sistema y se las hace reaccionar en el tiempo establecido. Para poder efectuar la diazotación generalmente es necesario mantener la temperatura de reacción normalmente entre  $0 - 5^\circ\text{C}$ . La copulación de sales de diazonio con fenoles o aminas aromáticas genera azocompuestos, los cuales son de enorme importancia para la industria de los colorantes. La obtención de un colorante diazoico consta de las operaciones siguientes:

- 1) Diazotación de una sustancia aromática que contenga un grupo amino primario.
- 2) Preparación de una disolución de algún compuesto amino-aromático en un ácido diluido o de una sustancia fenólica en un álcali diluido.
- 3) Mezclado de las soluciones anteriores con lo que tiene lugar la formación del colorante en una reacción que se denomina copulación. Para que tenga lugar esa reacción, la solución debe estar alcalina o ligeramente ácida.



**Esquema 4.** Obtención de naranja de metilo durante la diazotación/copulación del ácido sulfanílico y la su posterior reacción con la N,N-dimetilanilina.

#### 4. MATERIALES, EQUIPOS E INSUMOS

- |  |                                      |
|--|--------------------------------------|
| 1 Erlenmeyer                           | 1 Equipo de filtración por succión   |
| 1 Baño de agua                         | 1 Placa calefactora con agitación    |
| 1 Bücher y Kitasatos                   | 1 Embudo cónico y filtro de pliegues |
| 1 vaso de precipitados de 100 y 250 mL |                                      |

#### 5. REACTIVOS

- Ácido sulfanílico
- $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$
- Nitrito sódico
- N,N-dimetilanilina
- NaOH 10%
- Sal común
- HCl concentrado

	<b>Laboratorio de Química Orgánica II</b>	<b>Código</b>	FLA-23 V. 00
		<b>Página</b>	13 de 4

## 6. PROCEDIMIENTO

Se debe preparar de forma independiente las siguientes soluciones:

- a) 1.5 g de ácido sulfanílico, 2 g de carbonato sódico en 100 mL de agua
- b) 2.2 g de nitrito sódico en 15 mL de agua
- c) 3.4 mL de ácido clorhídrico concentrado en 25 mL de agua
- d) 4.3 mL de dimetilnilina, 15 mL de agua y 3 mL de ácido clorhídrico concentrado

Se enfrían las disoluciones y sólo cuando estén frías se procede de la siguiente manera:

Sobre la disolución de ácido sulfanílico y carbonato se vierte la disolución de nitrito sódico. La mezcla se mantiene en un baño de hielo y se adiciona lentamente la disolución de ácido clorhídrico. Una vez finalizada la adición se sigue manteniendo fría toda la mezcla y se le añade lentamente la disolución de dimetilnilina. Se observará que la reacción adquiere un color rojizo. Una vez finalizado el proceso se añaden unos 40 mL de hidróxido sódico al 10 %, con lo que la mezcla de reacción pasa a tener color naranja, debido a la formación de la sal sódica del colorante. La adición de álcali se para cuando la disolución se hace levemente alcalina (controlar el pH con papel indicador). Se transvasa el contenido de la reacción a un vaso de precipitado grande y a continuación se agregan 30 g de sal común y se calienta el contenido del vaso a 50 o 60 °C. Una vez enfriado a temperatura ambiente se procede a filtrar por succión el sólido pastoso que se obtiene. Se pasa una corriente de aire durante 10 minutos y el precipitado se introduce en el desecador. Una vez seco el precipitado se pesa y se calcula el rendimiento. Tomar una pequeña porción con la punta de una espátula y preparar una disolución acuosa. Comprobar qué ocurre cuando se adicionan una disolución de ácidos y bases

## 7. NIVEL DE RIESGO - NOTAS

Las partículas de la sustancia finalmente dispersas forman mezclas explosivas en el aire. Muchos de estos compuestos son tóxicos y/o cancerígenos. No dejar botellas abiertas o muestras reposando en el área de trabajo. Preparar las soluciones en la vitrina extractora de gases. Limpiar cualquier derrame. Disponer de los desechos orgánicos en los contenedores apropiados.

## 8. BIBLIOGRAFÍA

[1] ÁVILA, JOSÉ GUSTAVO, et al. (2009) Química orgánica. México. Unam.

[2]<http://www.organicchemistry.org/synthesis/diazonium/azocompounds.shtm> (consultado 15 de marzo de 2019).

	<b>Laboratorio de Química Orgánica II</b>	<b>Código</b>	FLA-23 V. 00
		<b>Página</b>	14 de 4

[3] VOGEL, A.I. Textbook of Practical Organic Chemistry. Nueva York. Longman. L.F.Fieser, K.L.Williamson "Organic Experiments" Houghton Mittlin Company. 8ª edición, Boston-New York, 1998.

[4] MARCH, JERRY. "Advanced Organic Chemistry. Reaction, Mechanism and Structure" A Wiley-Interscience Publication. New York-Chuchester-Brisbone-Toronto-Singapore.

[5] FIESER, LOUIS F. "Experimentos de química orgánica" Editorial Reverté S.A. Barcelona- Buenos Aires-México, 1967.

[6] MCMURRY, J. "Química Orgánica", 6ª Edición 2004, International Thonson, México D.F. (páginas 985-986).

EN REVISIÓN

	<b>Laboratorio de Química Orgánica II</b>	<b>Código</b>	FLA-23 V. 00
		<b>Página</b>	15 de 4

## 1. TITULO

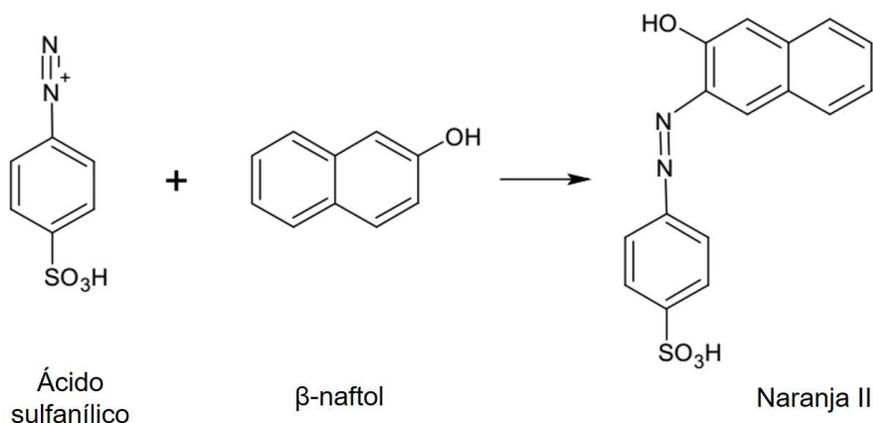
### Práctica N°5: Obtención de Naranja II a partir de la diazotación y copulación del β-naftol

## 2. OBJETIVOS

- Enseñar al alumno la técnica de preparación de sales de diazonio, usadas para sintetizar los colorantes azoicos.
- Que el alumno compare las condiciones experimentales que favorecen una reacción de copulación, entre sales de diazonio y “aminas y fenoles”

## 3. MARCO TEÓRICO

Descrito en la práctica N°4: características de azocompuestos, diazotación y copulación.



**Esquema 5.** Obtención de naranja II durante la diazotación/copulación del β-naftol

## 4. MATERIALES, EQUIPOS E INSUMOS

1 Agitador de vidrio	1 Embudo Buchner
1 Probeta de 25 mL	1 Kitasato 250 mL/manguera
1 Pipeta graduada de 5 mL	1 Vaso de precipitados de 125 mL
1 Erlenmeyer de 125 mL	1 Mechero con manguera
1 Tela de asbesto	1 Vidrio de reloj
1 Pipeta graduada de 10 mL	1 Pinza con nuez
1 Termómetro hasta 300 °C	

## 5. REACTIVOS

Ácido sulfanílico  
 $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$   
 Nitrito sódico  
 β-naftol

	<b>Laboratorio de Química Orgánica II</b>	<b>Código</b>	FLA-23 V. 00
		<b>Página</b>	16 de 4

NaOH 10%  
Sal común  
HCl concentrado

## 6. PROCEDIMIENTO

Coloque 0.4 g de carbonato de sodio en un vaso de precipitados de 25 mL y 10 mL de agua. Agregue 1 g de ácido sulfanílico, agite hasta que se disuelva y coloque la solución en baño de hielo con sal. Agregue a esta mezcla de reacción, 10 g de hielo picado, 4 mL de solución de nitrito de sodio al 10 % y 4 mL de ácido clorhídrico al 20 % v/v. Al cabo de unos minutos se forma la sal de diazonio. Disuelva en un matraz erlenmeyer de 125 mL: 0.8 g de  $\beta$ -naftol en 4 mL de hidróxido de sodio al 10 %. Enfríe dentro de baño de hielo y sal hasta que la temperatura se encuentre entre 0 y 5 °C; posteriormente, con una agitación constante adicione cuidadosamente la sal de diazonio, y mantenga la mezcla de reacción dentro del baño de hielo con sal. Terminada la adición, deje reposar la mezcla a temperatura ambiente durante 15-20 minutos. Agregue 4 g de cloruro de sodio, caliente casi a ebullición hasta disolución completa y enfríe en baño de hielo para permitir la cristalización. Filtre al vacío, lave con 2 mL de etanol frío, y deje secar el producto. Pese el producto obtenido y calcule su rendimiento.

## 7. NIVEL DE RIESGO - NOTAS

**Nota 1:** Si es necesario, caliente suavemente para que se disuelva totalmente el  $\beta$ -naftol.  
**Nota 2:** Si el producto es muy oscuro, agregue hidróxido de sodio al 10% hasta tener el color anaranjado característico.

## 8. BIBLIOGRAFÍA

- [1] VOGEL, A. I. Elementary Practical Organic Chemistry, Part I: Small Scale Preparations, Ed. Longman, London. 2nd. Ed., 1970.
- [2] BREWSTER, R. Q.; VANDERWERF, C. A.; MC EWEN, W. E. Curso práctico de química orgánica, Ed. Alhambra, Madrid, México 2a. ed. 1970.
- [3] ADAMS, R.; JHONSON, R. C.; WILCOX, C. F. Laboratory Experiments in Organic Chemistry. Collier Mc Millan Ltd. London USA 1970.
- [4] MORRISON, R. T.; BOYD, R. N. Química Orgánica, Fondo Educativo Interamericano, México 1984.

	<b>Laboratorio de Química Orgánica II</b>	<b>Código</b>	FLA-23 V. 00
		<b>Página</b>	17 de 4

## 1. TITULO

### **Práctica N°6: Obtención de N-acetilglicina como molécula de partida para compuestos biológicos**

## 2. OBJETIVOS

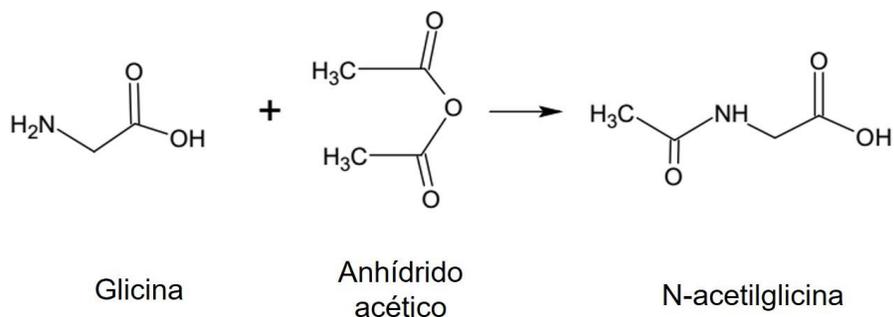
- Introducir al alumno en conceptos de adición y eliminación de grupos acetilo (etanoilación-deacetilación).

## 3. MARCO TEÓRICO

La acetilación (o etanoilación, según la nomenclatura de la IUPAC) consiste en una reacción que introduce un grupo acetilo en un compuesto químico. La deacetilación consiste en lo contrario, es decir, en la eliminación de un grupo acetilo. Este proceso de transferencia del grupo acetilo (que resulta en un grupo acetoxi) a un compuesto, para ser específico, debe implicar la sustitución del grupo acetilo por un átomo de hidrógeno. Una reacción que implique la sustitución de dicho átomo de hidrógeno de un grupo hidroxilo con un grupo acetilo ( $\text{CH}_3\text{CO}-$ ) genera un éster específico, el acetato. El anhídrido acético es comúnmente usado como agente de acetilación con grupos hidroxilo libres. Por ejemplo, es utilizado en la síntesis de aspirina y de heroína.

Así entonces, la introducción de un grupo acetilo en una molécula se llama acetilación. En los organismos biológicos, los grupos acetilo son comúnmente transferidos a partir de acetil-CoA a la coenzima A. Acetil-CoA es un intermedio tanto en la síntesis biológica y en la degradación de muchas moléculas orgánicas. Acetil-CoA también se crea durante la segunda etapa de la respiración celular, el ciclo de Krebs. Está formado a partir de ácido pirúvico con la ayuda de agua y después se une a una molécula de cuatro carbonos pre-existente para llevar a cabo el ciclo de Krebs. Las histonas y otras proteínas son a menudo modificadas por acetilación. Por ejemplo, en el nivel de ADN, la acetilación de histonas por acetiltransferasas provoca una expansión de la arquitectura de la cromatina, lo que permite la transcripción genética que se produzca. Sin embargo, la eliminación del grupo acetilo de las histonas desacetilasas condensa la estructura del ADN, evitando de este modo la transcripción. Además de las HDAC, adiciones grupo metilo son capaces de unirse al ADN resultante en la metilación del ADN, y esta es otra forma común para bloquear acetilación ADN e inhiben la transcripción de genes.

	<b>Laboratorio de Química Orgánica II</b>	<b>Código</b>	FLA-23 V. 00
		<b>Página</b>	18 de 4



**Esquema 6.** Obtención de N-acetilglicina a partir de la acetilación de glicina.

#### 4. MATERIALES, EQUIPOS E INSUMOS

1 Matraz fondo redondo	1 placa de calentamiento
2 Vasos de precipitado 50 mL	1 Kitasato 250 mL/manguera
1 Pipeta graduada de 5 mL	1 Vaso de precipitados de 125 mL
1 Erlenmeyer de 125 mL	1 Mechero con manguera
1 Vidrio de reloj	1 Pipeta graduada de 10 mL
1 Pinza con nuez	1 Termómetro hasta 300 °C

#### 5. REACTIVOS

Glicina  
 Anhídrido acético  
 Agua destilada

#### 6. PROCEDIMIENTO

En un matraz de fondo redondo (50 mL) disolver 0,0125 mol de glicina en 5 mL de agua destilada. A esta mezcla, agregar 0,025 mol de anhídrido acético en una única porción y se agita vigorosamente durante 15 a 20 minutos. La solución se calienta y algunos cristales de N-acetilglicina pueden cristalizar. Enfriar el mezcla (preferiblemente en el refrigerador). Los cristales del producto deben aparecer en el matraz. Se filtra la producto en el embudo Büchner y se lava con agua fría hasta pH = 7 del filtrado. El producto bruto obtenido se debe recrystalizar en 10 mL de agua en ebullición (calor bajo reflujo). A continuación se vierte la solución caliente al vaso de precipitados pequeño y enfriar en un baño de hielo (cristalizador con hielo y agua). Se filtra el producto en un embudo Büchner y se seca en el aire en una placa de Petri.

#### 7. NIVEL DE RIESGO - NOTAS

Las partículas de la sustancia finalmente dispersas forman mezclas explosivas en el aire. Muchos de estos compuestos son tóxicos y/o cancerígenos. No dejar botellas abiertas o

	<b>Laboratorio de Química Orgánica II</b>	<b>Código</b>	FLA-23 V. 00
		<b>Página</b>	19 de 5

muestras reposando en el área de trabajo. Preparar las soluciones en la vitrina extractora de gases. Limpiar cualquier derrame. Disponer de los desechos orgánicos en los contenedores apropiados.

## 8. BIBLIOGRAFÍA

[1] VOGEL, A. I. Elementary Practical Organic Chemistry, Part I: Small Scale Preparations, Ed. Longman, London. 2nd. Ed., 1970.

[2] ADAMS, R.; JHONSON, R. C.; WILCOX, C. F. Laboratory Experiments in Organic Chemistry. Collier Mc Millan Ltd. London USA 1970.

EN REVISIÓN