

1	Espátula
1	Vidrio de reloj
3	Vasos de precipitado de 25 ml
2	Vasos de precipitado de 50 ml
3	Matraces erlenmeyer de 50 ml
1	Matraz kitazato de 50 ml
4	Mangueras
1	Embudo Buchner

REACTIVOS

REACTIVO	CANTIDAD	PUREZA
Ac. Benzoico	0.5 g	Q.P.
Etanol	1.5 ml	Q.P.
Ac sulfonico concentrado	0.1 ml	Q.P.
Carbonato de sodio	0.5 g	Q.P.
Eter etílico	7.5 ml	Q.P.
Sulfato de sodio	0.1 g	Q.P.
Agua helada	5 ml	Q.P.

PROCEDIMIENTO

Se coloca en un matraz bola de una boca 0.5 g de ácido benzoico, 1.5 ml de etanol y se agrega 0.1 ml de ácido sulfonico concentrado, se agragan cuerpos porosos y se coloca a reflujo durante una hora. Terminado el reflujo se elimina el exceso de etanol por medio de una destilación, el residuo se vierte sobre 0.5 ml de agua helada y se neutraliza con 0.5 g de carbonato de sodio. La mezcla se transfiere a un embudo de separación y se extrae con 2.5 ml de eter etílico. La capa eterea se seca con 0.1 g de sulfato de sodio anhidro, el benzoato de etilo que se obtiene de la reacción de esterificación se destila y se determina el porcentaje de rendimiento.

RESULTADOS:

Al secar y pesar el producto obtuvimos 0.4008 g. de benzoato de etilo

Esto corresponde a el 62.1 % de rendimiento

DISCUSIÓN DE RESULTADOS

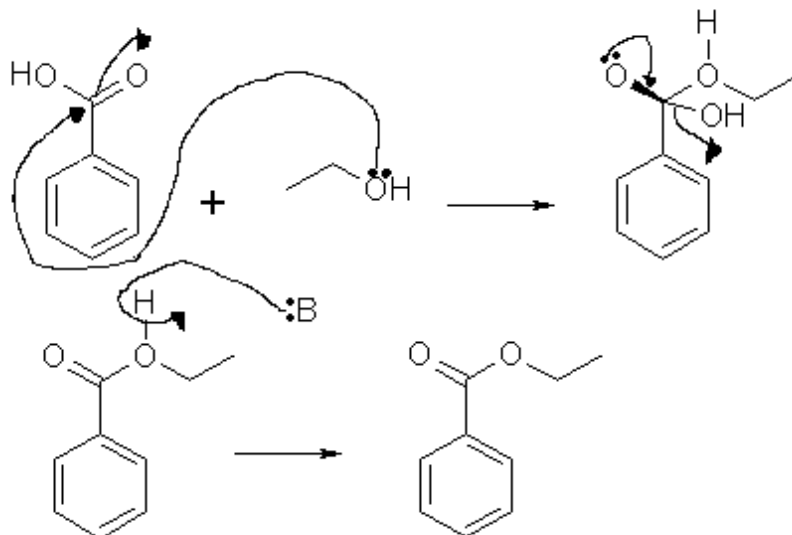
CONCLUSIONES

Con la práctica realizada pudimos sintetizar el benzoato de etilo a través de la esterificación del ácido benzoico con alcohol etílico en medio ácido lo cual nos permitió poner en práctica nuestros conocimientos adquiridos en teoría, además de aprender a controlar las condiciones de reacción para obtener el mayor rendimiento posible.

Al producto también se le determino el punto de fusión para conocer su pureza.

GUIA DE ESTUDIOS

1.- Desarrolle el mecanismo de reacción para la obtención de benzoato de etilo



2.- Usos, propiedades físicas y químicas del benzoato de etilo

PROPIEDADES: Líquido incoloro, aromático, soluble en etanol, éter, en agua; $d=1.043 - 1.046$; $p_c = -32.7$ °C, $p_e = 212.9$ °C

USOS: Además de aromas, perfumería, mezclas de disolventes, lacas, disolventes de muchos derivados de celulosa y resinas sintéticas y naturales.

3.- ¿Qué es un derivado de ácido carboxílico?

Estrechamente relacionado con los ácidos carboxílicos, y entre sí hay varias familias químicas conocidas como derivados funcionales de los ácidos carboxílicos, los cloruros de acilo, anhídridos, amidas y ésteres, los derivados son compuestos que el grupo OH del ácido es reemplazado por: Cl, OCO, NH₂, OR.

Al igual que el ácido con el que se relaciona, el derivado puede ser alifático o aromático, sustituido o no; cualquiera que sea la estructura del resto de la molécula, se conservan esencialmente los átomos del grupo funcional.

4.- Describe la reacción de los derivados de ácidos carboxílicos

Los derivados de ácidos carboxílicos contienen grupos salientes unidos al grupo carboxílico, mientras que los aldehídos y las cetonas no los contienen. Los reactivos se adicionan al grupo carbonilo de aldehído y cetonas pero sustituyen los grupos salientes de los derivados de ácido.

Un buen grupo saliente es una base débil, por tanto el Cl es un buen grupo saliente pero OH y OR son grupos salientes pobres.

La reactividad de los compuestos carbonílicos frente a la sustitución en el carbono carbonilo se puede atribuir directamente a la basicidad del grupo saliente que se desplaza.

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE QUERÉTARO

FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS

LABORATORIO DE QUÍMICA ORGANICA

Nombre del alumno:	Arturo Reséndiz Cruz – Francisco Lozano Monter
Nombre del maestro:	M. en C. Isidro Reséndiz Lopez
Clave:	RECA – LOMF
Practica:	Síntesis del Luminol

OBJETIVOS

- Sintetizar un compuesto quimiluminiscente, el luminol
- Realizar la prueba de fluorescencia para su identificación

ANTECEDENTES

La quimiluminiscencia es el proceso en el que se produce luz debido a una reacción química con la evolución de pocos o nada de calor.

La quimiluminiscencia es un fenómeno que se presenta en la naturaleza y en algunos compuestos que se pueden ser sintetizados. Un ejemplo de luminiscencia natural es la que presentan las luciérnagas, las cuales poseen un compuesto llamado luciferina y una enzima llamada liciferasa, que en combinación producen luz. Esto se presenta debido a que la reacción produce moléculas en un estado excitado. El estado excitado emite un fotón por lo que se produce luz. Cuando esta luz es producida por un organismo vivo también se le llama bioluminiscencia.

En este experimento, el compuesto quimiluminiscente luminol, o 5–aminoftalhidracida, sera sintetizado a partir del ácido 3–nitroftalico.

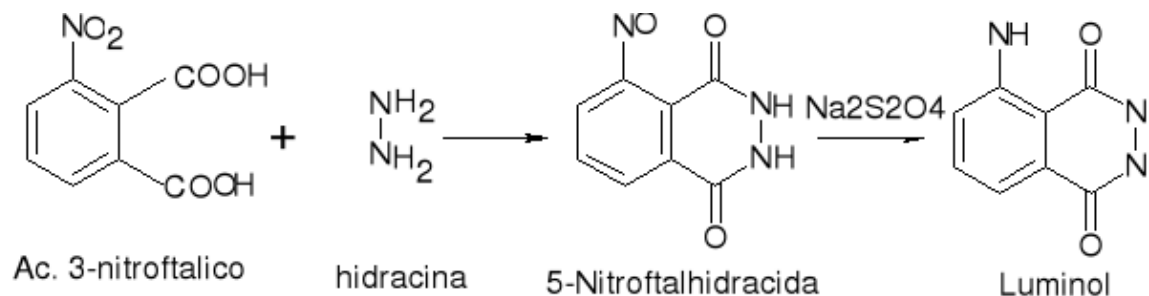
El primer paso para la síntesis es la formación de una dinámica cíclica, 5–nitroftalhidracida, por la reducción del grupo nitro con ditionito de sodio da luminol.

Quimiluminiscencia en el luminol.

En solución, el luminol existe como un anión bipolar. Este ión exhibe una débil fluorescencia azul después de ser expuesta a la luz. Sin embargo, en solución alcalina, el luminol pasa a ser di anión.

La solución alcalina que contiene el ión doblemente enolizado, presenta una quimiluminiscencia marcada cuando se oxida con peroxido de hidrógeno y ferrocianuro de potasio. El di anión de luminol experimenta una reacción con oxígeno molecular para formar un peroxido, dicho peroxido es inestable y se descompone con la evolución del gas nitrógeno.

MECANISMO



PARTE EXPERIMENTAL

MATERIAL

CANTIDAD	MATERIAL
3	Tubo de ensayo
1	Vaso de precipitado de 200 ml
3	Pinzas de tres dedos
1	Termómetro
2	Mangueras
2	Pipetas graduadas de 1 ml
1	Embudo buchner
1	Trampa de vacío
1	Tina
3	Matraces erlenmeyer de 25 ml
4	Pipetas graduadas de 5 ml
1	Plato caliente

REACTIVOS

REACTIVO	CANTIDAD	PUREZA
Ac 3-Nitroftalico	0.4 g.	Q.P.
Hidracina	1.0 g.	Q.P.
NaOH	1.0 g.	Q.P.
Trietilenglicol	1.5	Q.P.
Ac. Acetico	1 ml	Q.P.
Na ₂ S ₂ O ₄	1.2 g	Q.P.

PROCEDIMIENTO

A. 5-Nitroftalhidrazida

Ponga a calentar un tubo de ensaye con 6 ml de agua en baño maría, evitando que se evapore. En otro tubo de ensaye, coloque 400 mg de ácido 3-nitroftalico y 0.8 ml de una solución de hidracina al 8 %. Sujete el tubo en posición vertical con una pinza y caliente en un baño de arena hasta que el sólido se disuelva. Agregue el tubo 1.2 ml de trietilenglicol e inmediatamente agréguele piedras de ebullición y un termómetro. Deje que la mezcla ebulle para destilar el exceso de agua. Intermitentemente, remueva el termómetro y reemplácela con un tubo aspirador para facilitar la evaporación. Cuando toda el agua se haya evaporado, quite el baño de arena y caliente directamente con mechero. Permita que la mezcla llegue a 215 °C aproximadamente, mantenga la temperatura entre 215–220 °C durante 5 minutos.

Aislamiento

Remueva el mechero y deje enfriar el tubo de ensaye hasta 100 °C. Agregue los 6 ml de agua previamente calentada en el primer tubo, enfríe el tubo en agua fría y recolecte el compuesto por filtración al vacío en un embudo buchner

B. Luminol

La 5-nitroftalhidrazida obtenida no necesita ser secada y puede regresarse al tubo de ensaye no lavado en el que se preparó. Agregue a este compuesto 2 ml de solución de hidróxido de sodio 3 M y mezcle con un agitador. A la solución café-rojizo resultante agregue 1.2 ml de hidrosulfito de sodio di hidratado. Lave el sólido de las paredes con un poco de agua destilada. Añada piedras de ebullición y caliente el tubo en baño de arena o con mechero hasta ebullición; continúe el calentamiento durante 20 min, es posible que un poco del producto empiece a separarse.

Al terminar el tiempo de calentamiento, agregue a la mezcla de reacción 0.8 ml de ácido acético, enfríe exteriormente el tubo en agua fría, agitando; recolecte los cristales amarillos o dorados de luminol por filtración al vacío en un embudo buchner. Guarde una pequeña muestra del producto, déjela secar durante 20 min, es posible que un poco del producto empiece a separarse.

RESULTADOS

Al secar y pesar el producto se obtuvieron 0.1744 g.

Este peso obtenido corresponde al 80.5 % de rendimiento.

El punto de fusión practico fue : 330 °C

DISCUSIÓN DE RESULTADOS

CONCLUSIONES

Con la practica realizada pudimos sintetizar un compuesto quimiluminiscente conocido como luminol. Esta práctica fue interesante ya que tuvimos que sintetizar parte de los reactivos utilizados en esta reacción. Al final de la síntesis se le realizaron pruebas de identificación para comprobar que se trataba del compuesto que queríamos sintetizar, esto lo hicimos a través de una prueba de luminiscencia en una cámara de luz ultravioleta, además se le realizaron otras pruebas adicionales para ver su nivel de pureza, esto a través de cromatografía en capa fina y determinación del punto de fusión.

MECANISMO DE REACCIÓN

