



LABORATORIO DE QUÍMICA III

SÍNTESIS DE DIBENZALCETONA CONDENSACIÓN DE CLAISEN-SCHMIDT

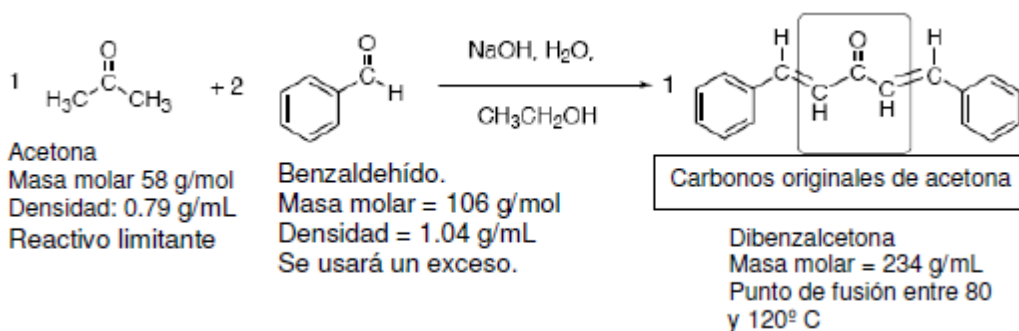
1. OBJETIVO DE LA PRÁCTICA

Reconocer la síntesis de la Dibenzalcetona como una reacción de condensación aldólica.

Identificar la eficiencia de la reacción por medio de cálculos estequiométricos.

2. MARCO TEORICO

La reacción de acetona con benzaldehído en presencia de una base es una clásica reacción de condensación aldólica. Los aldehídos y cetonas con hidrógenos en un carbono adyacente al carbonilosufren de reacciones aldólicas. Dependiendo de la estequiometría y condiciones de la reacción, estos reactivos se pueden usar para preparar benzalcetona o dibenzalcetona. Las condiciones a ser utilizadas en esta práctica favorecen la formación de dibenzalcetona.

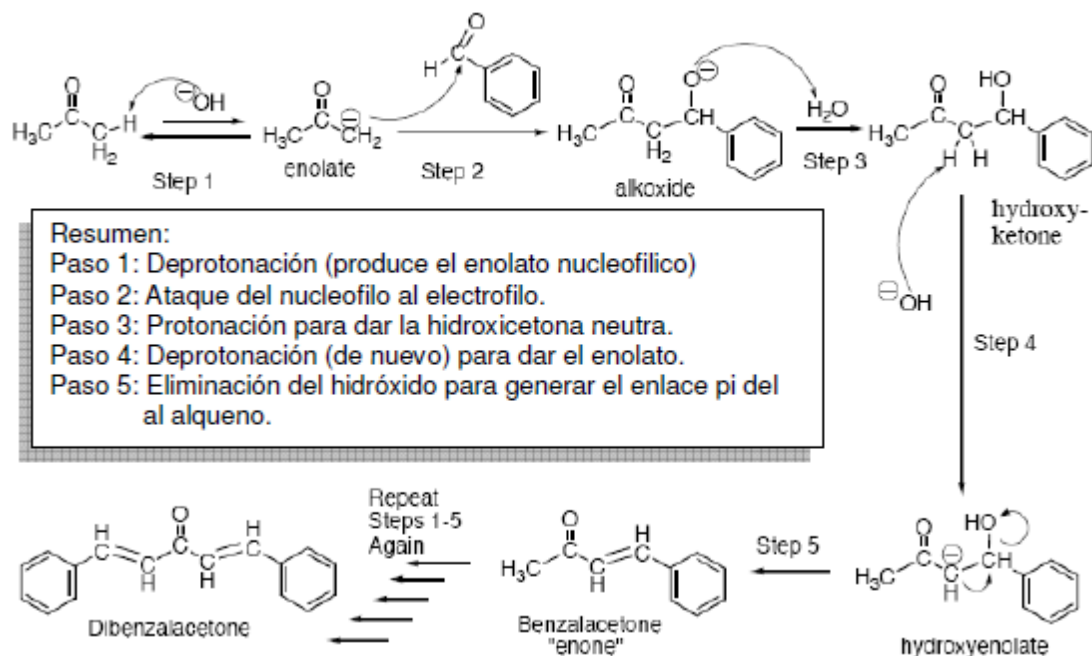


El proceso de purificación consiste en una etapa de filtración, seguida de un lavado para la cristalización del producto. La parte crítica del proceso es el lavado. La mezcla de reacción, y por tanto el producto, contienen hidróxido de sodio que debe ser removido antes de la



cristalización. Un cierto número de lavados son requeridos para removerlo. Para determinar si el producto se ha lavado lo suficiente, a cada lavado acuoso se debe medirle el pH. La purificación final de la dibenzalacetona se logra mediante una recristalización con etanol.

El color de la dibenzalacetona resulta del gran sistema de enlaces conjugados π , que puede absorber una porción del espectro visible. La dibenzalacetona ha sido utilizada en preparaciones de protección contra el sol porque además absorbe ciertos largos de onda de la luz ultravioleta.



Precauciones: el hidróxido de sodio es corrosivo y debe tratarse con sumo cuidado; el benzaldehído puede causar dermatitis. El benzaldehído se oxida por el aire a ácido benzoico, por tanto a menos que se utilice una botella fresca, recién abierta de benzaldehído, es probable que el reactivo contenga una cantidad sustancial de ácido benzoico lo que reducirá el rendimiento.



3. MATERIALES Y EQUIPOS

Beaker de 250mL

Beaker de 100mL

Probeta de 100 mL

Baño de agua caliente

Papel pH

Agitador de vidrio

Papel filtro

Ensamblaje de filtración al vacío (Embudo Büchner; matraz de filtración; mangueras)

4. REACTIVOS

Acetona (1.2 g)

Benzaldehído (4.2 g)

Etanol 95% (100 mL)

Hidróxido de sodio (4.0 g)

5. PROCEDIMIENTO

Disuelva 4.0 g de hidróxido de sodio sólido en 40 mL de agua en un beaker de 250mL. Añada 30 mL de etanol y reserve la disolución.

Coloque 4.2 g de benzaldehído y 1.2 g de acetona en un beaker de 100mL. Agite el matraz hasta obtener una solución homogénea.

Añada aproximadamente la mitad de la solución de benzaldehído a la solución de hidróxido de sodio con agitación vigorosa. En este paso se podría utilizar el agitador de vidrio para agitación mecánica, el precipitado se pondrá espeso al final de la reacción.

Agite la mezcla por un periodo de 10 minutos y entonces añada el remanente de la solución de benzaldehído-acetona. Continúe agitando por unos 30 minutos.



Pese un papel filtro.

Filtre el precipitado amarillo al vacío, y rocíelo varias veces con agua para retirarle el hidróxido de sodio.

Agite la mezcla hasta producir una pasta gruesa. Si la pasta está muy alcalina, vuelva a filtrar y a lavar. Cuando la pasta esté neutra o casi neutra filtre al vacío para obtener el producto crudo.

Deje secar por un período mínimo de un día en una campana de extracción. Pese y calcule el porcentaje de rendimiento por medio de cálculos estequiométricos. Un rendimiento típico es de unos 3.8 g.

6. PRESENTACIÓN DE RESULTADOS

Debe presentar todos los cálculos estequiométricos realizados para el cálculo del porcentaje de rendimiento.

7. PREGUNTAS DE PROFUNDIZACIÓN

¿Cómo el ácido benzoico en el benzaldehído utilizado en este experimento afecta la reacción?

Sugiera otro modo (además de filtración al vacío) para purificar el benzaldehído parcialmente oxidado.

Sugiera modos de modificar el procedimiento de este experimento de tal modo que la reacción produzca benzalcetona en vez de dibenzalcetona.

8. BIBLIOGRAFÍA y CIBERGRAFÍA

Morrison, R. T., & Boyd, R. N. (1992). *Organic Chemistry (6th Edition)*: Prentice Hall; 6th edition

Wade, L. G. (2012). *Organic Chemistry (8th Edition)*: Prentice Hall; 8 edition

Fessenden, R.J y Fessenden, J.S. (1983) *Techniques and Experiments for Organic Chemistry*. Brooks/Cole Publishing Company.



9. INFORME

El informe debe realizarse en formato tipo artículo, de acuerdo a la plantilla DC-LI-FR-002.

No olvide presentar todos los cálculos realizados.

Nota: Verifique siempre el estado de agregación de los reactivos y el grado de peligrosidad de los mismos para prever las medidas de seguridad adicionales que debe cumplir.

PREINFORME

SÍNTESIS DE DIBENZALCETONA

Asignatura: _____

Fecha: _____

Nombres: _____

Masa de la dibenzalcetona cruda: _____

Masa de la dibenzalcetona seca: _____

Punto de fusión de la dibenzalacetona purificada: _____

Rendimiento teórico: _____

Rendimiento práctico: _____

Porcentaje de rendimiento: _____