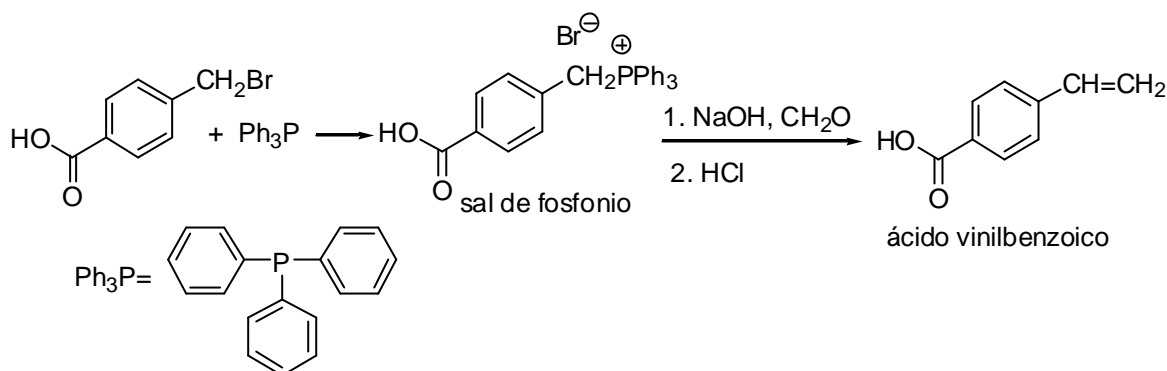


PROBLEMA EXPERIMENTAL N° 2

(30 puntos)

SÍNTESIS DEL ÁCIDO VINILBENZOICO

Realización de la práctica



a) Síntesis de la sal de fosfonio.

En un matraz de fondo redondo (balón), de 100 mL de capacidad, se introduce una cantidad exactamente pesada de ácido 4-bromometilbenzoico (aproximadamente 1,1 g) y 1,4 g de trifetilfosfina. A continuación, se adicionan al matraz de fondo redondo 30 mL de acetona y un trocito de plato poroso (piedra de ebullición). El matraz de reacción se conecta a un refrigerante de reflujo y la mezcla resultante se calienta con manta calefactora a reflujo durante aproximadamente 40 minutos, contabilizados desde el momento en el que la acetona empieza a hervir. Durante el periodo de calentamiento se irá formando un precipitado blanco que es la sal de fosfonio.

Después de los aproximadamente 40 minutos de reflujo, se deja enfriar el matraz y el sólido blanco formado en este proceso se recoge por filtración con succión en placa filtrante (embudo de filtración poroso). Para ello, agite el matraz de fondo redondo para provocar la suspensión del sólido blanco y facilitar su transvase a la placa filtrante. A continuación, se lava el precipitado blanco con éter etílico. Añada 20 mL de éter etílico al matraz de fondo redondo, agítelo y transvase el éter a la placa filtrante. Operando de este modo conseguirá recoger los restos de producto que hayan quedado en el matraz.

La sal de fosfonio se seca sobre papel de filtro y se entrega al personal responsable para que la pese y poder calcular el rendimiento. El producto es suficientemente puro para ser utilizado en la etapa siguiente.

Nombre:	País	Código
----------------	-------------	---------------

b) Síntesis del ácido 4-vinilbenzoico (Reacción de Wittig).

La sal de fosfonio obtenida en la reacción anterior se dispone en un matraz erlenmeyer (fiola) de 100 mL de capacidad, al que se le añaden a continuación 24 mL de una disolución acuosa de formaldehído. Se añade un imán agitador (barra magnética), se coloca el matraz erlenmeyer sobre una placa agitadora (agitador magnético) y se adiciona, a continuación, en porciones y con agitación, 7 mL de una disolución acuosa 2,5 M de NaOH. La adición de la disolución de NaOH debe durar unos 5 minutos y luego se continúa la agitación durante 40 minutos.

A continuación, el precipitado formado (óxido de trifenilfosfina) se filtra mediante succión bajo vacío, utilizando un embudo Büchner y un matraz quitasatos. El precipitado se lava con agua, tres veces, utilizando 3 mL de agua cada vez, recogiendo juntos el líquido filtrado y las aguas de lavado. Esta disolución, que contiene el 4-vinilbenzoato sódico, se transfiere a un vaso de precipitados y, a continuación, se le añade, gota a gota y con agitación, una disolución acuosa de HCl concentrado. Este proceso provocará la formación de un precipitado blanco que es el ácido 4-vinilbenzoico. Compruebe en este punto el pH (utilice papel indicador) de la disolución que contiene el precipitado. Continúe añadiendo HCl concentrado hasta que el pH de la disolución sea ácido (compruébelo mediante el papel indicador).

El precipitado se filtra a vacío en una placa filtrante. Mantenga el precipitado en la placa filtrante bajo succión durante aproximadamente 15 minutos. A continuación, se recoge el precipitado en un vidrio de reloj y se entrega al personal responsable para que lo pese y poder calcular el rendimiento.

HOJA DE RESPUESTAS DEL PROBLEMA EXPERIMENTAL N° 2

Cuestiones.

1.- Con el peso de la sal de fosfonio obtenida calcule el rendimiento en la primera etapa del proceso.

Masa de ácido 4-(bromometil)benzoico: _____

Masa de trifenilfosfina: _____

Masa de producto obtenido: _____

2.- Con el peso de sal de fosfonio obtenida y el peso de ácido 4-vinilbenzoico obtenido, calcule el rendimiento en la segunda etapa del proceso.

Masa de producto obtenido: _____

HOJA DE RESPUESTAS DEL PROBLEMA EXPERIMENTAL N° 2 (cont.)

3.- Calcule el rendimiento global del proceso: rendimiento en la transformación del ácido 4-bromometilbenzoico en ácido 4-vinilbenzoico.

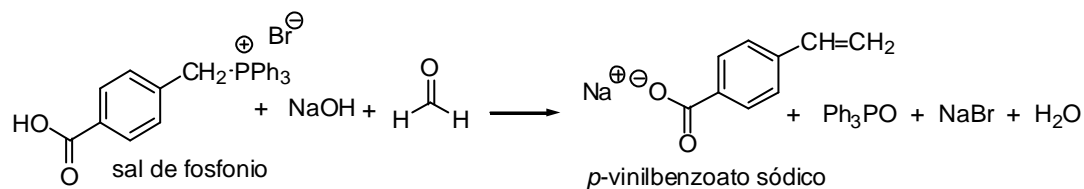
4.- El ácido 4-bromometilbenzoico y la trifenilfosfina son solubles en acetona caliente. Sin embargo, la sal de fosfonio es insoluble en acetona caliente ¿por qué?. Indique cuál es la respuesta correcta.

- a) Porque tiene un átomo de bromo.
- b) Porque es un compuesto iónico insoluble en un disolvente poco polar como la acetona.
- c) Porque la acetona es ácida.
- d) Porque la acetona es básica.

La respuesta correcta es la _____

HOJA DE RESPUESTAS DEL PROBLEMA EXPERIMENTAL N° 2 (cont.)

5.- La reacción entre el formaldehído y la sal de fosfonio en medio básico genera el 4-vinilbenzoato sódico según la reacción que se da a continuación:



5.1) Ajuste (balancee) la reacción anterior.

5.2) ¿Por qué no se forma directamente el ácido 4-vinilbenzoico en estas condiciones? Indique cuál es la respuesta correcta.

- a) Porque la disolución está caliente y hay que dejarla enfriar.
- b) Porque el pH del medio es ácido.
- c) Porque el pH del medio es básico.
- d) Porque el pH del medio es neutro.

La respuesta correcta es la _____

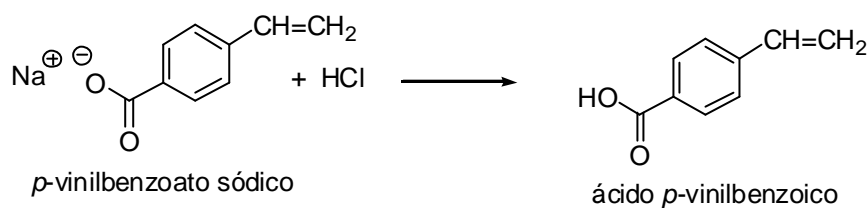
HOJA DE RESPUESTAS DEL PROBLEMA EXPERIMENTAL N° 2 (cont.)

5.3) ¿Por qué el 4-vinilbenzoato sódico es soluble en la disolución acuosa básica? Indique cuál es la respuesta correcta.

- a) Porque es un compuesto con una masa molecular muy baja.
- b) Porque la disolución está caliente.
- c) Porque es una sustancia iónica que se solubiliza en un disolvente muy polar como el agua.
- d) Porque la agitación de la disolución impide su precipitación.

La respuesta correcta es la _____

6.- El ácido 4-vinilbenzoico se obtiene por acidificación de la disolución básica que contiene el 4-vinilbenzoato sódico según la reacción:



6.1) Complete y ajuste la reacción anterior.

HOJA DE RESPUESTAS DEL PROBLEMA EXPERIMENTAL N° 2 (cont.)

6.2) ¿Por qué precipita el ácido 4-vinilbenzoico al acidificar la disolución básica que contenía el 4-vinilbenzoato sódico? Indique cuál es la respuesta correcta.

- a) Porque el compuesto aumenta su masa molar.
- b) Porque se enfría la disolución.
- c) Porque cesa la agitación.
- d) Porque es una sustancia apolar insoluble en un disolvente muy polar como el agua.

La respuesta correcta es la _____

Penalizaciones.

Puedes solicitar materiales y/o reactivos si se te rompen o acaban, respectivamente. La penalización será de 2 puntos por cada reemplazo.

N° reemplazo	Reactivo/material	Firma del estudiante	Firma del supervisor

Penalización total: puntos.