



CURSO DE "QUÍMICA SUSTENTABLE" Mendoza (Argentina) - Noviembre 13-18 de 2005



ANCEFN

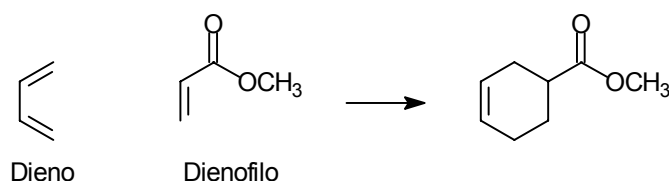
Organizado por: la ANCEFN (Academia Nacional de Ciencias Exactas, Físicas y Naturales) y la UNCuyo (Universidad Nacional de Cuyo)

Auspiciado por: IANAS (InterAmerican Network of Academies of Sciences), UNESCO y Ministerio de Educación, Ciencia y Tecnología de la Nación (Argentina)

TRABAJO PRÁCTICO: REACCIÓN TIPO DIELS-ALDER DE ANTRACENO Y ANHÍDRIDO MALEICO ASISTIDA POR MICROONDAS

Introducción

Una de las reacciones de formación de anillos más conocidas y estudiadas es la de Diels-Alder, en la cual un dienófilo se combina con un dieno para generar un compuesto cíclico de seis miembros. Este tipo de reacciones es muy versátil y permite el uso de una gran variedad de dienos y dienófilos, que dan origen a una amplia gama de ciclohexanos sustituidos.



Los mejores dienos son aquellos que poseen grupos donantes de electrones, mientras que los mejores dienófilos tienen grupos aceptores de electrones.

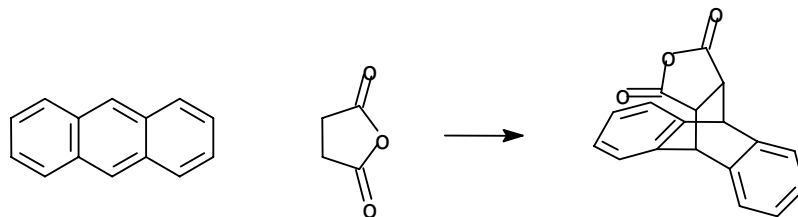
Las reacciones de Diels-Alder ocurren en un único paso, es decir no existe la formación de un intermediario, este tipo de mecanismo se conoce con el nombre de "Mecanismo Concertado"; y la formación y ruptura de enlaces ocurre en forma simultánea.

Los productos de la reacción contienen dos nuevos enlaces sigma y un nuevo enlace pi, y la reacción ocurre cuando los orbitales pi en el dieno y el dienófilo se combinan.

Una característica sumamente atractiva de las reacciones de Diels-Alder es que todos los átomos, tanto en el dieno como en el dienófilo son incorporados al producto final.

En el diseño de una estrategia de síntesis sustentable, una clave es el requerimiento energético para llevar a cabo una transformación. La mayoría de las veces utilizamos energía proveniente de combustibles sólidos, que son recursos no renovables y cuyos desperdicios contribuyen al calentamiento global y a la contaminación del aire. Una alternativa al uso de métodos convencionales de calentamiento, tan comunes en química orgánica, es el uso de radiación de microondas como fuente de energía.

En este experimento se combina antraceno y anhídrido maleico en una reacción tipo Diels-Alder, y se realizará la reacción en forma convencional y asistida por microondas, comparando ambos procedimientos en términos de rendimiento, pureza del producto, y demandas de energía.



Protocolo

Seguridad : los hornos microondas debe ser operados bajo campana debido a los vapores de p-xileno generados durante el experimento.

Preparación convencional

- En un balón de 25 ml se agregaron 1.8 g de antraceno y 0.98 g de anhídrido maleico. A continuación se adicionan 10 ml de p-xileno y se coloca a reflujo por 2 hs.
- Después de enfriar la mezcla de reacción a temperatura ambiente, se filtra usando vacío, lavando el producto con 5 ml de metanol frío.
- Determinar el punto de fusión (pureza) y el rendimiento de la reacción.

Preparación asistida por microondas

- Pulverizar en un mortero 1.8 g de antraceno y 0.98 g de anhídrido maleico.
- Transferir la mezcla a un Erlenmeyer de 125 ml y adicionar 7 ml de p-xileno, agitar la solución unos 30 segundos y cubrir con un vidrio de reloj.
- Colocar el Erlenmeyer en el microondas.
- Seleccionar máximo poder y ajustar el timer a 2min 40 sec (este tiempo varía dependiendo de la cantidad de erlenmeyers en el microondas)
- Enfriar la mezcla a temperatura ambiente, filtrar al vacío y lavar con 10 ml de metanol frío seguido por otros dos lavados de 5 ml.
- Determinar el punto de fusión, y el rendimiento de la reacción

*Total Grupos: 10 grupos de cuatro personas.

Materiales y Reactivos

Reacción en forma convencional (reflujo en xileno)

Reactivos

1.8 g Antraceno
 0.98 g anhídrido maleico
 10ml p-xileno
 5 ml MeOH
 solvente para TLC

Materiales

Un balón de 25 ml por grupo
 Una columna refrigerante

Un kit filtración usando vacío (embudo Buchner, kitasato, tropa de agua)
 Papel de filtro
 Aparato para determinar punto de fusión

Reacción asistida por microondas

Reactivos

1.8 g Antraceno
 0.98 g anhídrido maleico
 10 ml p-xileno
 20 ml MeOH

Materiales

Un Erlenmeyer de 125 ml por grupo
 Un mortero
 Un vidrio de reloj
 Un kit filtración usando vacío (embudo Buchner, kitasato, tropa de agua)
 Papel de filtro
 Aparato para determinar punto de fusión
 Horno Microondas

TOTALES:

Reacción tipo Diels-Alder de antraceno y anhídrido maleico asistida por microondas

*Calculado para 10 grupos "forma convencional" y 10 grupos "asistida por microondas"

REACTIVOS			
	Convencional	Microondas	Total
Antraceno	20 g	20 g	40 g
Anhídrido maleico	15 g	15 g	30 g
Xileno	150 ml	150 ml	300 ml
Metanol	100 ml	250 ml	350 ml
Solvente TLC	10 ml	-----	10 ml
MATERIALES			
Erlenmeyers 125 ml	-----	10	10
Balón 25 ml	10	-----	10
Bureta 10 ml	10	10	20
Columna refrigerante	10	-----	10
Kit filtración bajo vacío	10	10	20
Mortero aprox. 6cm diámetro	-----	2 o 3	2 o 3
Vidrio de reloj	-----	10	10
Papel filtro	10	10	20
Aparato Pto. fusión	2 o 3	2 o 3	2 o 3
Horno microondas	-----	3	3