Laboratorio Q. Avanzada Síntesis de Dilantin a partir de benzaldehido

1 Primera etapa

Esquema 1. Mecanismo de dimerización del benzaldehído.

1.1 Procedimiento experimental

1.1.1 Destilar benzaldehído

El benzaldehído se oxida con facilidad al ácido benzóico, siendo este su contaminante más frecuente. Es posible proteger al benzaldehído usando hidroquinona, la cual reacciona con el oxígeno circundante.

1.1.2 Condensación benzoínica

En un balón de 50 mL disolver 5.0 mL (47 mmol) de benzaldehido previamente destilado en 6.5 mL de etanol al 95 %; a esta mezcla adicione una solución de 500 mg de cianuro de sodio en 5.0 mL de agua. Caliente la mezcla a reflujo constante durante 30 minutos. Seguido este tiempo retire el calentamiento y observe la solución. Deberían formarse cristales al cabo de unos minutos, si no observa el cambio lleve el balón a un baño de hielo y enfríelo hasta que vea los cristales. Fíltrelos y lávelos con agua fría. La benzoina cruda debe ser de un color blanco o pálidamente amarillo. El rendimiento de la reacción es cercano al 90 % [1].

La sustancia pura se obtiene por recristalización usando etanol al 95 %, la relación sustrato/solvente es 0.13 g/mL. La benzoina se disuelve en alcohol en ebullición cerca de 8 % se pierde con la purificación. La cantidad de benzoina final debe ser cercana a 8.2 g [1].

References

[1] Organic Syntheses 1921, 1, 33

2 Segunda etapa

Esquema 2. Oxidación de la benzoina en presencia de ácido nítrico.