

MANUAL DE PRACTICAS DE LABORATORIO DE QUIMICA

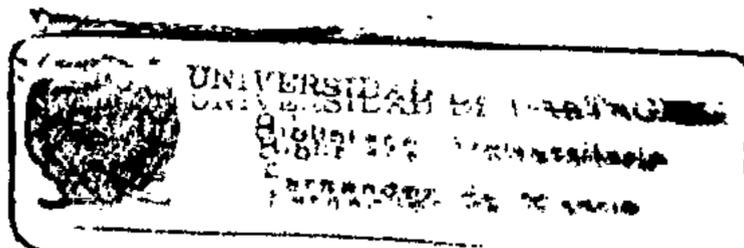
MODULO DOS
PRIMER AÑO DE ENFERMERIA

A large, stylized handwritten signature or set of initials in black ink, consisting of several loops and a long vertical stroke.

UNIVERSIDAD DE CARTAGENA
FACULTAD DE CIENCIAS QUIMICAS Y FARMACEUTICAS
CARTAGENA DE INDIAS, D.T. Y C.
1995

A small, handwritten scribble or stamp in the bottom right corner, possibly containing the number '37410'.

B.S.
T.A.
543
T734



MANUAL DE PRACTICAS DE LABORATORIO DE QUIMICA

MODULO DOS

PRIMER AÑO DE ENFERMERIA

JORGE EMIRO TOUS POMARES G.F.

Profesor Titular Grado IV

GABRIEL ACEVEDO DEL RIO G.F.

Profesor Titular Grado I

UNIVERSIDAD DE CARTAGENA

FACULTAD DE CIENCIAS QUIMICAS Y FARMACEUTICAS

CARTAGENA DE INDIAS, D.T. Y C.

1995

(22140)

| | |
|---|-----------------------------|
| UNIVERSIDAD DE CARTAGENA | |
| CENTRO DE INFORMACION Y DOCUMENTACION | |
| FORMA DE ADQUISICION | |
| Compra _____ | Donación <u>X</u> |
| Canje _____ | U. de C. _____ |
| Precio \$ _____ | Proveedor <u>F. Quimica</u> |
| No. de Acceso <u>37490</u> | No. de ej. _____ |
| Fecha de ingreso: DD <u>04</u> MM <u>06</u> A <u>00</u> | |

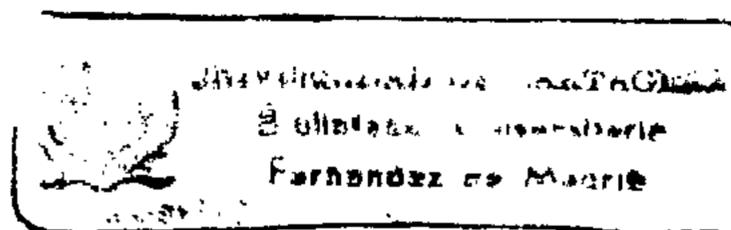
CONTENIDO

Pag. #

TERCERA PARTE : PRACTICAS DE QUIMICA ORGANICA

| | |
|--|----|
| 1. INTRODUCCION | 4 |
| 2. DETERMINACION CUALITATIVA DE CARBONO, NITROGENO, HIDROGENO, AZUFRE Y HALOGENO EN UN COMPUESTO ORGANICO. | 5 |
| 3. IDENTIFICACION DE HIDROCARBUROS SATURADOS, INSATURADOS Y CICLOPARAFINAS. | 23 |
| 4. ANALISIS FUNCIONAL: IDENTIFICACION Y DIFERENCIACION DE ALCOHOLES Y FENOLES. | 30 |
| 5. ANALISIS CUALITATIVO DE ALDEHIDOS Y CETONAS. | 47 |
| 6. IDENTIFICACION Y PROPIEDADES DE LOS ACIDOS CARBOXILICOS | |

| | |
|--|----|
| Y ESTERES ORGANICOS. | 60 |
| 7. ANALISIS CUALITATIVO DE CARBOHIRATOS. | 70 |
| 8. BIBLIOGRAFIA. | 86 |



INTRODUCCION

El contenido de este manual contempla la Tercera Parte del Programa de Prácticas de Química Para Estudiantes de Enfermería de la Universidad de Cartagena, cuyos objetivos se consignaron en el modulo uno.

Teniendo en cuenta los aspectos teóricos de la química orgánica que se desarrollan dentro del programa teórico, se han incluido prácticas relacionadas a la identificación de las funciones químicas principales de esta rama y la comprobación de sus propiedades físicas y químicas por medio de las reacciones características de cada grupo funcional.

Es de gran importancia para el logro de los objetivos trazados en la elaboración del presente módulo, que el estudiante complemente los aspectos teóricos de cada práctica, con la revisión bibliográfica recomendada.

PRACTICA No. 1

DETERMINACION CUALITATIVA DE CARBONO, NITROGENO, HIDROGENO, AZUFRE Y HALOGENOS EN UN COMPUESTO ORGANICO

1.1 INTRODUCCION

Cuando se trata de analizar o caracterizar un compuesto orgánico, uno de los primeros pasos consiste en la determinación cualitativa de los elementos más frecuentes: Hidrógeno, nitrógeno, azufre y halógenos. Por esta razón se considera de especial interés la determinación cualitativa de los mencionados elementos.

Un método muy sencillo para la determinación del carbono en una sustancia desconocida, se fundamenta en la propiedad que tienen los compuestos orgánicos de que al calentarlos fuertemente dejan un residuo de carbón (hollín) en el recipiente donde se efectúa el ensayo. Algunos compuestos volátiles o que subliman no dejan este residuo, razón por la cual se acostumbra emplear un método más seguro de detectar la

presencia de carbono. Este método se fundamenta en la propiedad que poseen los compuestos orgánicos de desprender dióxido de carbono (CO_2) cuando se calientan en presencia de algunos agentes oxidantes como el óxido cúprico y la determinación posterior del CO_2 formado con hidróxido de bario.

Por otro lado, los elementos nitrógeno, azufre y halógenos que puedan estar presentes en los compuestos orgánicos se encuentran ligados por enlaces covalentes, y de esta forma no pueden ser reconocidos fácilmente; es necesario convertirlos entonces en compuestos iónicos para detectarlos.

La mineralización del compuesto orgánico se puede conseguir mediante una fusión con algunos metales como el sodio o el potasio. La técnica más empleada es la fusión con sodio, la cual se conoce como "Método de Lassaigne".

1.2 OBJETIVOS GENERALES:

Al realizar esta práctica, el estudiante debe estar en capacidad de:

1.2.1. Comprender los fundamentos teóricos en los cuales se

basa el análisis cualitativo de los principales elementos frecuentemente presentes en los compuestos orgánicos.

1.2.2. Efectuar las técnicas más usadas en el laboratorio para la determinación cualitativa de carbono, hidrógeno, nitrógeno, azufre y halógeno, en un compuesto orgánico.

1.3 OBJETIVOS ESPECIFICOS:

Al finalizar la práctica se espera que el estudiante :

1.3.1. Identifique el carbono, hidrógeno, nitrógeno, azufre y halógenos en un compuesto orgánico, por medio de reacciones químicas específicas de cada uno de estos elementos.

1.4 MATERIALES Y REACTIVOS DE LABORATORIO

1.4.1 MATERIALES

Cápsula de porcelana

Tubos de ensayos

Tapones de caucho

Tubos de vidrio

Pinzas

Soportes

Mechero

Espátulas

Papel de filtro

Vitrina de gases

Vaso de precipitado

Embudo de vidrio

Malla de asbesto

Refrigerante

Agitador de vidrio

1.4.2. REACTIVOS DE LABORATORIO

Oxido cúprico

Lana de vidrio

Solución de hidróxido de bario

Almidón

Sodio metálico

Etanol

Acetato de plomo (solución)

Solución de ácido acético

Papel tornasol

Solución de sulfato ferroso

Cloruro férrico al 2%

Acido clorhídrico diluido

Acido nítrico diluido

Solución nitrato de plata

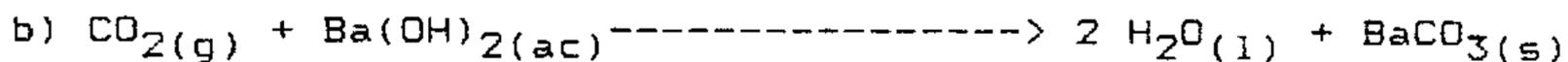
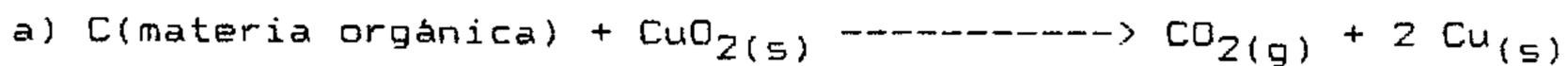
Alambre de cobre

Acido sulfúrico diluido

1.5 ASPECTO TEORICO

Los compuestos orgánicos tienen la propiedad de desprender CO_2 , cuando se calientan en presencia de agentes oxidantes. La presencia del CO_2 se puede reconocer haciendo burbujear el gas desprendido a través de una solución de hidróxido de bario, pues, la solución se enturbia por la formación de un precipitado.

Se presentan las siguiente reacciones:



Es importantate tener presente que si el compuesto orgánico contiene azufre, durante el calentamiento con óxido cúprico se

forma SO_2 , el cual puede reaccionar con el hidróxido de bario, para formar también un precipitado. En consecuencia para evitar errores, conviene agregar permanganato de potasio como (agente oxidante) al precipitado formado con la solución de hidróxido de bario; si el precipitado es de sulfito de bario se oxidará a sulfato de bario, no sufrirá ningún cambio.

Finalmente, si el precipitado es de carbonato de bario, desprenderá CO_2 con efervescencia al añadir ácido sulfúrico diluido; mientras que si el precipitado es de sulfato de bario no habrá desprendimiento de gases.

Si el compuesto orgánico contiene metales alcalinos, durante el calentamiento con óxido cúprico se pueden formar carbonatos de estos metales que dan falsos resultados. Resulta prudente mezclar el óxido cúprico con algo de dicromato de potasio, el cual por ser un agente oxidante destruye el carbonato alcalino que pudo haberse formado.

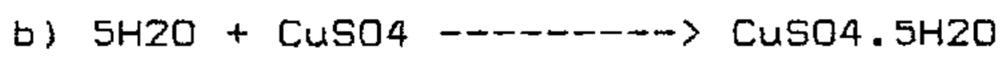
Durante la determinación del carbono con óxido cúprico también se puede detectar la presencia de hidrógeno, ya que, si el compuesto posee este elemento, durante el calentamiento además del CO_2 formará agua que se condensa en forma de gotitas en las paredes internas del recipiente de calentamiento.

13

Biblioteca Universitaria
Fernández de Madrid

El agua se puede reconocer porque al añadirle sulfato de cobre (color blanco) se convierte en sulfato cúprico pentahidratado (color azul).

Las reacciones son:



Los elementos, nitrógeno, azufre y halógenos, para ser detectados es necesario que sean convertidos en compuestos iónicos. La mineralización del compuesto orgánico se puede conseguir por varias técnicas; la más usada es la técnica de Lassaigne, la cual consiste en calentar el compuesto orgánico con sodio metálico. Si el compuesto contiene nitrógeno se convierte en cianuro de sodio, si contiene azufre pasará a sulfuro de sodio y si contiene halógeno se convertirá en halogenuros de sodio.

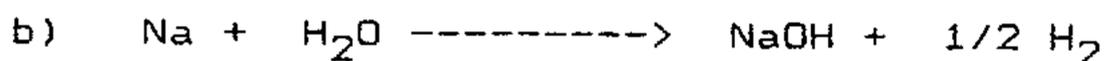
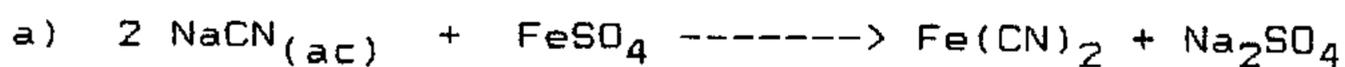
El análisis de nitrógeno en ocasiones resulta un poco difícil, debido a que algunos compuestos volátiles se evaporan antes de que ocurra la fusión con el sodio metálico, razón por la cual es aconsejable mezclar intimamente y en partes iguales la sustancia orgánica que se va a analizar con el almidón. Durante la fusión con sodio algunos compuestos nitrogenados

pueden producir explosiones.

En caso que esto ocurra, se debe suspender el calentamiento y disminuir la cantidad del compuesto orgánico, tratándolo con partes iguales de zinc en polvo, agregar el ácido acético glacial y dejar en reposo hasta que se haya disuelto casi todo el metal; luego calentar hasta que se liberen todas las burbujas; evaporar la mezcla hasta sequedad y efectuar la fusión sódica sobre el residuo como se indicó anteriormente.

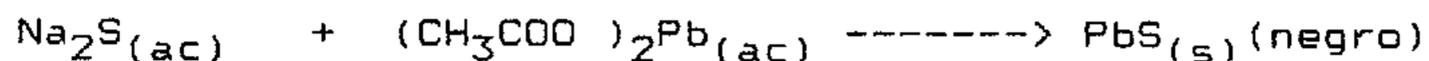
Una vez mineralizado el nitrógeno presente en forma de cianuro de sodio se reconoce por el tratamiento con sulfato ferroso, así se forma cianuro ferroso más hidróxido ferroso (por la reacción del hidróxido de sodio, formado por reacción entre el sodio en exceso y el agua, sobre el sulfato ferroso). Luego se añade cloruro férrico y ácido clorhídrico para disolver los óxidos de hierro que se hallan formado. Si el nitrógeno está presente, después de 1 ó 2 minutos aparecerá una coloración azul intensa o un precipitado del mismo color.

Las reacciones son:



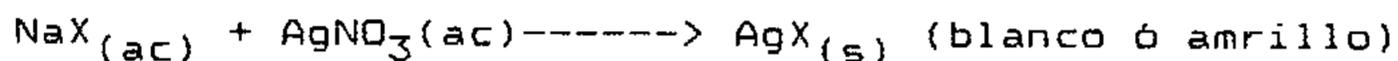
reconocerá por la producción de un precipitado negro de plomo, al añadir solución de acetato de plomo seguida de acidulación con ácido acético.

La reacción es la siguiente:



El análisis de los halógenos se realiza también en los productos obtenidos de la fusión sódica. Basta con agregar ácido nítrico y solución de nitrato de plata. La formación de un precipitado blanco, que se oscurece por acción de la luz o amarillo indica la presencia de halógenos.

La reacción es la siguiente:



X = F, Cl, Br, I.

1.6 PARTE EXPERIMENTAL

1.6.1 ANALISIS DE CARBONO E HIDROGENO

PROCEDIMIENTO:

PASOS:

1. En una cápsula de porcelana pequeña calcine aproximadamente

- 1 gramo de óxido cúprico, CuO , sustancia A.
2. Mezcle 0.1 gramo de la sustancia a analizar con 0.5 gramos de A y coloque la mezcla en un tubo de ensayo seco; agregar una pequeña cantidad adicional de A (aprox 0.2 gramos) y encima de la mezcla coloque un poco de lana de vidrio.
3. Tape el tubo con un tapón de caucho atravesado por un tubo de vidrio doblado de manera que el extremo en punta quede sumergido en una solución recién preparada de hidróxido de bario, Ba(OH)_2 .
4. Con la ayuda de pinzas fije el conjunto a un soporte de manera que el tubo que contiene la mezcla quede ligeramente inclinado (fig. 1).
5. Comience a calentar la parte superior de la mezcla y luego la parte inferior.
6. Observe y anote los resultados en el punto correspondiente de esta práctica.

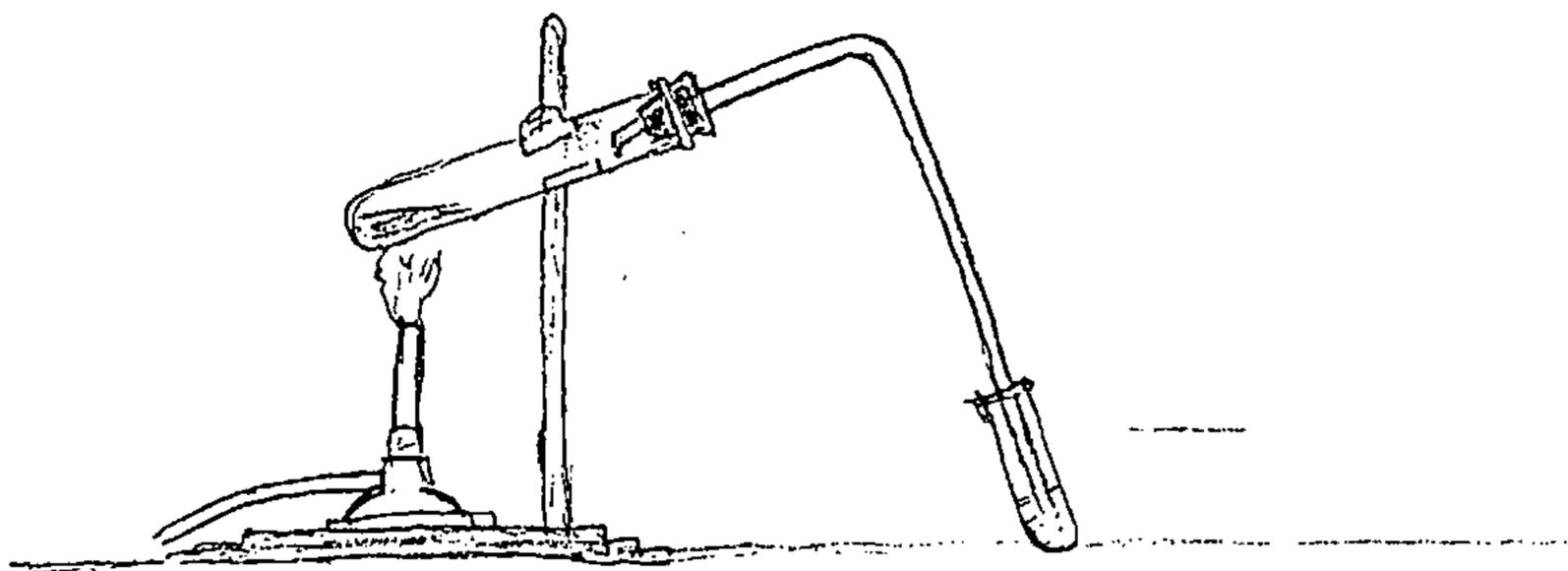


Figura 1. Aparato para reconocimiento del carbono en un compuesto orgánico.

1.6.2. ANALISIS DE NITROGENO, AZUFRE Y HALOGENOS

1.6.2.1 TRATAMIENTO DE LA MUESTRA PROBLEMA

PROCEDIMIENTO:

PASOS:

1. En una cápsula de porcelana mezcle aproximadamente 0.2 gramos del compuesto a analizar y 0,2 gramos de almidón.
2. Con la ayuda de pinzas y espátula, corte un trocito de sodio metálico, seque el sodio con un papel de filtro y colóquelo en un tubo de fusión sódica junto con 20 gramos de la mezcla que se preparó inicialmente.

3. En una vitrina de gases fije el tubo a un soporte y proceda a calentar la parte inferior, primero suavemente y luego mas fuerte. Si no ocurre explosión, añada unos 50 mg de la mezcla cuando se formen vapores de sodio en la parte inferior del tubo, caliente fuertemente hasta que el fondo tome color rojo oscuro y deje enfriar.
4. Agregue aproximadamente 2 mL de alcohol etílico para eliminar el exceso de sodio.
5. Con la ayuda de un varilla de vidrio o de una espátula pequeña de alambre, remueva el residuo de la fusión sódica y transfíéralo a un vaso pequeño de precipitado. Enjuague el tubo con 15 mL de agua destilada y pase el contenido al vaso de precipitado.
6. Caliente la solución a ebullición y filtre en caliente. Deseche el contenido del papel de filtro y guarde el filtrado para el análisis de nitrógeno, azufre y halógenos. El filtrado debe ser transparente, de lo contrario, indica un calentamiento deficiente durante la fusión sódica, por lo cual es conveniente repetir esta experiencia.

1.6.2.2. ANALISIS DE AZUFRE COMO ION SULFURO

PROCEDIMIENTO:

PASOS:

1. En un tubo de ensayo limpio coloque 2 mL del filtrado de la fusión sódica.
2. Agregue cuatro gotas de solución de acetato de plomo y ácido acético diluido, hasta reacción ácida al tornasol.
3. Observe y anote los resultados en el punto correspondiente de esta guía.

1.6.2.3. ANALISIS DE NITROGENO COMO CIANURO

PROCEDIMIENTO:

PASOS:

1. En tubo de ensayo limpio coloque 2 mL del filtrado de la fusión sódica y añada 5 gotas de solución de sulfato ferroso y caliente suavemente hasta ebullición.
2. Deje enfriar y adicione 2 ó 3 gotas de solución de cloruro férrico al 2% y luego ácido clorhídrico gota a gota hasta que se disuelvan los hidróxidos de hierro formados.



3. Deje en reposo el tubo por unos minutos.

4. Observe y anote los resultados en el punto correspondiente de esta guía.

NOTA: Si la solución permance incolora o es amarilla, no existe nitrógeno. Si la solución toma un color verde o azul-verdoso, la fusión fué deficiente. Si al añadir el sulfato ferroso aparece un precipitado oscuro, indica la presencia de azufre en la muestra original. También la solución final puede formar un color intenso que indica la presencia simultánea de nitrógeno y de azufre.

1.6.2.4. ANALISIS DE HALOGENOS COMO HALUROS DE SODIO

PROCEDIMIENTO:

PASOS:

1. Coloque 2 mL del filtrado de la fusión sódica en un tubo de ensayo y adicione ácido nítrico diluido hasta reacción ácida al tornasol.

2. Caliente suavemente hasta reducir el volumen total aproximadamente a la mitad.

3. Agregue 2 ó 3 gotas de solución de nitrato de plata.

4. Observe y anote los resultados en el punto correspondiente de esta guía.

1.7 RESULTADOS

Anote a continuación lo que observe en cada ensayo.

1.7.1 TRATAMIENTO DE LA MUESTRA PROBLEMA

1.7.2. ANALISIS DE AZUFRE COMO ION SULFURO

1.7.3. ANALISIS DE NITROGENO COMO CIANURO

1.7.4. ANALISIS DE HALOGENOS COMO HALUROS DE SODIO

1.8. CUESTIONARIO

1.8.1. Escriba las reacciones que ocurren durante el análisis del carbono y del hidrógeno con óxido cúprico.

1.8.2. Porqué en los compuestos orgánicos se puede detectar directamente el nitrógeno, el azufre ó los halógenos.

1.8.3. En el método de Lassaigne, para qué se mezcla una sustancia orgánica con almidón.

1.8.4. Después de efectuar la fusión sódica, porqué se agrega alcohol etílico? Qué ocurre?.

Escriba las reacciones que ocurren durante la fusión

sódica de un compuesto orgánico que contiene nitrógeno, azufre y cloro.

1.8.5. En la determinación de nitrógeno en el método de Lassaigne indique que función cumple cada uno de los siguientes reactivos:

Sulfato ferroso, ácido clorhídrico y cloruro férrico.

1.8.6. Qué precauciones deben tenerse en cuenta en el manejo del sodio metálico? Porqué?.

PRACTICA No. 2

IDENTIFICACION DE HIDROCARBUROS SATURADOS,
INSATURADOS Y CICLOPARAFINAS

2.1 INTRODUCCION

Los hidrocarburos alifáticos saturados y las cicloparafinas se caracterizan por su inercia química; por esta razón no se pueden preparar satisfactoriamente derivados cristalinos.

Su identificación se basa por lo tanto en la determinación de las propiedades físicas (punto de ebullición, densidad, índice de refracción, etc) de las muestras redestiladas y comparar los datos obtenidos en las tablas que se encuentran en los manuales de química orgánica.

Los compuestos insaturados reaccionan rápidamente decolorando la solución de bromo en tetracloruro de carbono. El bromo se adiciona a los enlaces no saturados. Similarmente decolora la solución neutra o alcalina acuosa de permanganato de potasio.

El color púrpura cambia a pardo debido al bióxido de manganeso, el cual precipita. Los enlaces insaturados primero se oxidan a estado hidroxí-compuestos, los cuales pueden formar mezclas de aldehídos y de ácidos carboxílicos.

2.2. OBJETIVOS GENERALES:

Al realizar esta práctica el estudiante debe estar en capacidad de:

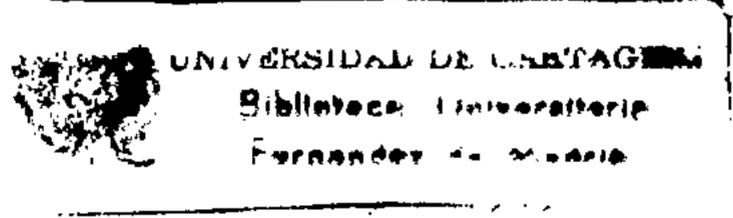
2.2.1. Identificar por medio de reacciones características a los hidrocarburos saturados, insaturados y cicloparafinas.

2.2.2. Diferenciar por medio de reacciones a los hidrocarburos saturados, insaturados, y cicloparafinas.

2.2.3. Identificar hidrocarburos halogenados por medio de reacciones.

2.3 OBJETIVOS ESPECIFICOS:

Al finalizar la práctica se espera que el estudiante:



2.3.1. Identifique por medio de reacciones específicas a los hidrocarburos saturados, insaturados y a las cicloparafinas.

2.3.2. Diferenciar con la solución de bromo en tetracloruro de carbono los hidrocarburos saturados de los insaturados.

2.3.3. Reconozca la presencia de halógenos en un hidrocarburo.

2.4 MATERIALES Y REACTIVOS DE LABORATORIO

2.4.1. MATERIALES

- Tubos de ensayo
- Cuentagotas
- Pipeta graduada

2.4.2. REACTIVOS DE LABORATORIO

- Solución de bromo en tetracloruro de carbono (0.5-1%)
- Tetracloruro de carbono
- Solución de permanganato de potasio (0.5%)
- Solución alcohólica de nitrato de plata
- Muestras de hidrocarburos saturados e insaturados (alcano,

benceno, alqueno)

2.5 ASPECTO TEORICO

La palabra hidrocarburo indica que los únicos elementos presentes son hidrógeno y carbono. Atendiendo al tipo de unión covalente que exista entre C y C en la cadena del hidrocarburo, estos se dividen en saturados e insaturados. La cadena de un hidrocarburo saturado se caracteriza por la unión covalente sencilla que existe entre los átomos de carbono, que forman dicha cadena. Esta es la razón de la poca reactividad que presentan estos compuestos frente a los reactivos más corrientes. De estos compuestos algunos son gases, líquidos y otros sólidos a temperatura ambiente.

Los hidrocarburos insaturados constituyen a las olefinas o alquenos, los acetilenos o alquinos. En las cadenas de las primeras existen doble enlace y en las de los segundos enlace triple entre Carbono y Carbono. Esto implica que las reacciones más importantes son las de adición de un reactivo al hidrocarburo. Estos hidrocarburos originan una variedad mucho más amplia de reacciones con los reactivos corrientes de laboratorio (oxidación, polimerización, otras).

En cuanto a las cicloparafinas las cadenas de carbonos forman anillos. Estos compuestos, presentan los mismos comportamientos que los alcanos frente a los reactivos comunes.

2.6 PARTE EXPERIMENTAL

2.6.1. ENSAYO CON BROMO

PROCEDIMIENTO:

Colocar 0.5 mL de solución de bromo en tetracloruro de carbono (1%) en un tubo de ensayo, añadir una o dos gotas del compuesto por analizar (tomar muestras de alcanos, aromáticos, alquenos, alquinos y cicloalcanos).

Si es sólido debe ser disuelto primero en tetracloruro de carbono, inmediatamente la decoloración de la solución indica la actividad de la insaturación.

Los alcoholes y otros compuestos pueden con el tiempo decolorar esta solución por oxidación lo mismo que hidrocarburos aromáticos, que presentan reacciones de sustitución. Por eso el ensayo con bromo debe ser confirmado

con permanganato de potasio.

2.6.2. ENSAYO CON PERMANGANATO DE POTASIO

PROCEDIMIENTO:

Colocar 0.5 mL de solución de permanganato de potasio (0.5%) en un tubo de ensayo, añadir 1-2 gotas de compuesto por analizar a agitar. La actividad de la insaturación se manifiesta por el cambio inmediato del color púrpura, Los alcoholes también reaccionan con el tiempo.

2.7. RESULTADOS

2.7.1. Después de realizar los ensayos correspondientes con cada compuesto suministrado por el profesor, anote los resultados para cada uno : saturado, insaturado, aromático y cicloalcano.

2.8. CUESTIONARIO

1. Qué productos se forman cuando se combina el bromo con los hidrocarburos insaturados?

2. Escriba las ecuaciones químicas correspondientes a las reacciones realizadas en cada ensayo.

3. Qué hidrocarburos son más activos, frente a los reactivos utilizados?

4. Describa algunas diferencias importantes entre los hidrocarburos utilizados como muestra problemas?

PRACTICA No. 3

ANALISIS FUNCIONAL. IDENTIFICACION Y DIFERENCIACION DE ALCOHOLES Y FENOLES

3.1 INTRODUCCION

Los alcoholes y fenoles poseen gran importancia biológica, y muchos de ellos tienen usos industriales. La mayoría de los azúcares contienen varios grupos hidroxilos, el almidón, la celulosa y el glicógeno contienen miles de grupos hidroxilos. El colesterol, las hormonas y otros esteroides también contienen el grupo funcional hidroxilo, así como las vitaminas liposolubles tales como la A y la D.

No solo los alcoholes sino también sus derivados tienen importancia biológica y aplicaciones industriales. Los lípidos: grasas, aceites, ceras, fosfolípidos, lecitinas, cefalinas, son derivados de un importante alcohol, el glicerol; los esfingolípidos y glicolípidos son derivados de la esfingosina que es un alcohol.

Los fenoles también desempeñan un destacado papel biológico; la tirosina y su compuesto afín, la tiroxina (derivados fenólicos) son constituyentes de muchas proteínas. Existen varios polifenoles de mucha importancia en la industria, utilizados como antioxidantes.

El fenol es extensamente usado en la industria de plásticos y resinas sintéticas. Se emplea también en la preparación del ácido pícrico, medicamentos, reveladores fotográficos (la hidroquinona) y colorantes. El fenol posee fuertes propiedades antisépticas y es en general un germicida activo. En los hospitales se emplean disoluciones diluídas de cresoles como desinfectante (cuando están en agua se conoce como creolina cuando se disuelven en derivados del petróleo, como creosota).

3.2 OBJETIVOS GENERALES:

Al finalizar esta práctica, el estudiante debe estar en capacidad de:

- 3.2.1. Comprobar experimentalmente las principales propiedades y reacciones químicas de los alcoholes y fenoles.

3.2.2 Establecer la diferencia entre los alcoholes y fenoles, utilizando reacciones químicas.

3.2.3 Comprobar experimentalmente las principales reacciones de alcoholes y fenoles.

3.2.4 Comprobar el carácter anfótero de los alcoholes, a través de reacciones químicas.

3.3. OBJETIVOS ESPECIFICOS:

Al finalizar la práctica, se espera que el estudiante:

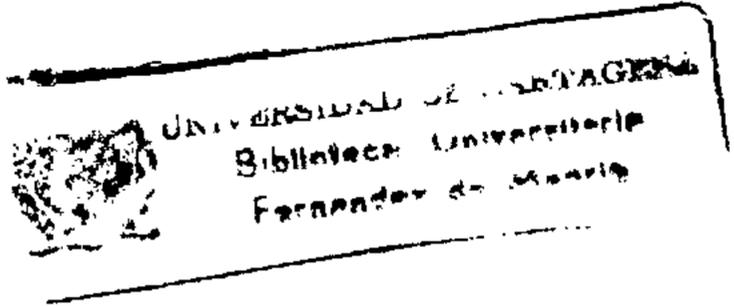
3.3.1. Identifique alcoholes y fenoles.

3.3.2. Diferencie alcoholes y fenoles.

3.3.3. Diferencie alcoholes entre sí.

3.3.4. Compruebe por medio de reacciones las propiedades químicas de alcoholes y fenoles.

3.4. MATERIALES Y REACTIVOS DE LABORATORIO



3.4.1. MATERIALES

- Tubos de ensayos
- Espátulas
- Gradilla
- Mechero
- Malla de alambre
- Vasos de precipitación
- Pipetas
- Vidrio de reloj
- Agitadores
- Papel tornasol

3.4.2. REACTIVOS DE LABORATORIO

- Permanganato de potasio en solución 0.01 M.
- ácido clorhídrico concentrado
- Cloruro de zinc
- Cloruro férrico al 3%
- Hidróxido de sodio al 5%
- Hidróxido de potasio en forma de lentejas
- Agua de bromo

3.5 ASPECTO TEORICO

3.5.1. GENERALIDADES

Los alcoholes y fenoles se pueden considerar como derivados orgánicos del agua, reemplazando uno de sus hidrógenos por un grupo alquilo ó arilo.

Los alcoholes se clasifican en primarios, secundarios y terciarios según esté el grupo OH unido a un carbono primario, secundario ó terciario, respectivaamente. El orden y la velocidad de reactividad de cada uno de ellos frente a determinados reactivos será uno de los propósitos de esta práctica. También existen alcoholes monohidroxílicos, con un solo grupo OH y polioles con varios grupos OH.

Los fenoles se pueden clasificar en monohidroxílicos, dihidroxílicos y trihidroxílicos según lleve uno, dos ó tres grupos hidroxílicos unidos directamente al anillo aromático.

3.5.2. PROPIEDADES QUIMICAS

El protón unido al oxígeno del grupo hidroxilo es debilmente ácido, por lo que puede ser reemplazado lentamente por

metales alcalinos, como sodio y potasio, con liberación de hidrógeno gaseoso. La sal obtenida mediante este reemplazo se llama alcoxido.

Cuando los alcoholes reaccionan con ácidos, ya sean orgánicos o inorgánicos que contienen el grupo hidroxilo se forman los ésteres.

La oxidación de los alcoholes primarios y secundarios pueden considerarse como una deshidrogenación del grupo OH y un H del mismo carbono donde está unido al hidroxilo.

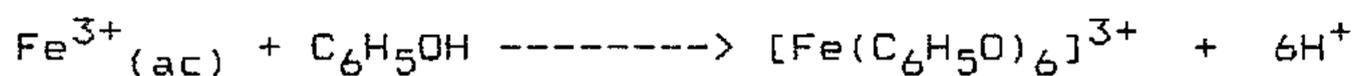
Los alcoholes primarios se oxidan facilmente, con agentes oxidantes moderados, para producir aldehídos. Los alcoholes secundarios por oxidación producen cetonas. Como los alcoholes terciarios no tienen H unido al carbono que posee el grupo hidroxilo no sufren el fenómeno de oxidación.

Los fenoles son suficientemente ácidos para experimentar neutralización con disoluciones acuosas de NaOH u otras bases fuertes con formación de fenóxidos.

Cuando se tratan los fenoles con disolución de cloruro férrico se producen coloraciones características (azul, verde, rojo,

o purpura). El fenol ordinario se colorea de violeta por la formación del complejo ión fenato-férrico.

La reacción es la siguiente:



3.6. PARTE EXPERIMENTAL

3.6.1. PROPIEDADES FISICAS

PROCEDIMIENTO:

Observe y anote en el punto correspondiente de esta guía:

Estado natural, olor, sabor, solubilidad en agua y en otros solventes como acetona, cloroformo, eter, etanol, y de los alcoholes y fenoles que el profesor indique.

3.6.2 REACCIONES DE ACIDEZ

PROCEDIMIENTO:

PASOS:

1. En dos tubos de ensayo coloque 5 mL de solución acuosa de fenol y 5 mL de alcohol etílico respectivamente. Introduzca en cada tubo un trozo pequeño de papel tornasol azul. Observe y anote los resultados.

2. En dos tubos de ensayo coloque 2 mL de solución saturada de hidróxido de calcio. A un tubo adiciónesele 10 gotas de alcohol etílico y al otro 10 gotas de solución de fenol. Observe y anote los resultados.

3. Coloque 2 mL de alcohol etílico en un tubo de ensayo y adicione un trozo pequeño de sodio metálico (del tamaño de una lenteja). Observe y anote resultados. Agregue un volumen igual de éter. Observe y anote los resultados. Efectúe la misma reacción con alcohol sec-butílico y alcohol ter-butílico. Observe y anote resultado comparando las velocidades de desprendimiento de gas.

4. En un tubo de ensayo limpio y seco mezcle un mL de alcohol etílico y 1 mL de ácido acético. Adicione una gota de ácido sulfúrico concentrado y caliente suavemente. Agregue 3 mL de agua destilada. Observe y anote resultados, sobre todo el olor.

3.6.3. DIFERENCIACION DE ALCOHOLES, PRIMARIOS, TERCIARIOS

PROCEDIMIENTO:

Se utiliza el ensayo de Lucas que se basa en las diferentes velocidades de formación de los cloruros alcohilos al hacer

reaccionar con el reactivo HCl (concentrado) con $ZnCl_2$ (1 mol: 1 mol) se aplica unicamente a los alcoholes alifáticos y cicloalifáticos.

El ensayo se practica de la siguiente manera:

A 1 mL de alcohol colocado en un tubo de ensayo, agregue rápidamente 6 mL del reactivo de Lucas, agite y deje en reposo. Observe la mezcla durante cinco minutos y anote los resultados así:

a. ALCOHOLES PRIMARIOS DE MENOS DE SEIS CARBONOS:

Hay algún oscurecimiento, pero la solución permanece clara. Los de seis átomos carbonos y superiores no se disuelven apreciablemente; la fase acuosa permanece clara.

b. ALCOHOLES SECUNDARIOS:

La solución clara se torna turbia debido a la separación de gotas finamente divididas de cloruro de alcoholo. Después de una hora se puede apreciar una capa superior excepto con el alcohol isopropílico debido a la volatilidad del cloruro de isopropilo. (El alcohol alílico se comporta como un alcohol secundario y dura unos 7 minutos en reaccionar).

c. ALCOHOLES TERCIARIOS:

Se separan dos fases casi inmediatamente después de adicionar

el reactivo, debido a la formación del cloruro de alcohol terciario. Si se tiene una solución turbia que sugiera la presencia de alcohol secundario pero no excluye la del alcohol terciario, se debe hacer un ensayo con HCl de la siguiente manera:

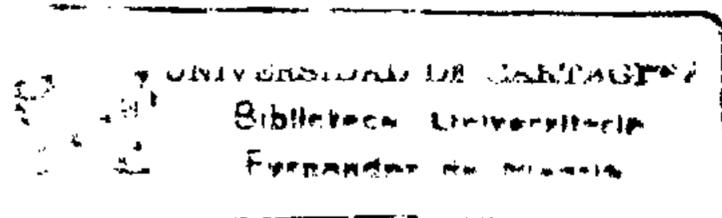
- Mezclar un mL de alcohol con 6 mL de HCl con y así observar los resultados.
- Alcoholes terciarios: reaccionan inmediatamente, para formar cloruros insolubles que suben a la superficie en pocos minutos.
- Alcoholes secundarios: la solución permanece clara.

3.6.4 REACCIONES DE OXIDACION

PROCEDIMIENTO:

PASOS:

1. En tres tubos de ensayos limpios, coloque 1 mL de solución al 1% de dicromato de potasio y agregue a cada tubo 3 gotas de ácido sulfúrico concentrado. Luego adicione al primer tubo 3 gotas de alcohol etílico, al segundo 3 gotas de alcohol isobutilico y al tercero la misma cantidad de alcohol terbutílico. Agite y caliente suavemente los tubos. Observe y anote resultados.



2. En tres tubos de ensayos vierta 2 mL de 1-butanol, 2-butanol y terbutanol respectivamente. adicione a cada uno de ellos 2 mL de solución de permanganato de potasio 0.0M. agite y caliente suavemente los tres tubos de ensayo. Observe y anote los resultados durante cinco minutos.

3.6.5. REACCION CON CLORURO FERRICO

PROCEDIMIENTO:

En tres o cuatro tubos de ensayos limpios, coloque unas diez gotas de soluciones diluidas de cada uno de los fenoles de que se disponga, (resorcinol, hidroquinona, catecol, fenol,) y adicione a cada tubo tres gotas de solución de cloruro férrico al 3%. Observe y anote los resultados.

3.6.6 ENSAYOS DEL FENOL CON AGUA DE BROMO

PROCEDIMIENTO:

Adicione gota a gota, una solución saturada de bromo en agua, a una solución concentrada de fenol. Observe y anote los resultados.

3.6.7 FORMACION DE ACIDO PICRICO

En un tubo de ensayo disuelva una pequeña cantidad de ácido sulfúrico concentrado. Observe y anote los resultados.

3.6.8. ENSAYOS CON KOH EN PRESENCIA DE CLOROFORMO

PROCEDIMIENTO:

Coloque en un tubo de ensayo pequeño 0.01 g de fenol y agregue 1 mL de cloroformo y después una lenteja de KOH. Observe y anote resultados después de un tiempo de 30 minutos.

Decante el cloroformo y reemplace por 1 mL de alcohol absoluto. Agite y observe después de 5 minutos la coloración tomada por el alcohol.

A continuación se dá una tabla en la que se encuentra las coloraciones obtenidas con los fenoles más comunes.

| FENOL | COLORACION DEL KOH | COLORACION DEL CHCl_3 | COLORACION ALCOHOL ABSOLUTO |
|------------------|--------------------|--------------------------------|-----------------------------|
| Fenol | rosa pálido | incoloro | incoloro |
| α -naftol | azul indigo | azul indddddigo | azul oscuro |
| β -naftol | azul pálido | incoloro | incoloro |
| Timol | rojo carmín | rojo carmín | rosa fugaz |
| Pirocatecol | verde amarillo | incoloro | verde amarillo |
| Guayacol | rojo violeta | - | rojo violáceo |
| Resorcinol | rojo carmín | - | rojo carmín |
| Orcinol | rojo púrpura | - | pardo bimarck |
| Hidroquinona | amarillo | - | amarillo dorado |
| Pirogalol | pardo violáceo | - | pardo bimarck |
| Fglucinol | rojo ldrillo | - | amarillo rosado |
| Acido gálico | verde oscuro | - | incoloro |
| Ac. salic. | amarillo dorado | - | amarillo aserín |

3.7 RESULTADOS

Anote a continuación lo que observe en cada ensayo:

3.7.1 PROPIEDADES FISICAS

3.7.2 REACCIONES DE ACIDEZ

3.7.3 DIFERENCIACION DE ALCOHOLES PRIMARIOS, SECUNDARIOS Y
TERCIARIOS

3.7.4 REACCIONES DE OXIDACION

3.7.5 REACCION CON EL CLORURO FERRICO

3.7.6 ENSAYOS DEL FENOL CON AGUA DE BROMO

3.7.7 FORMACION DE ACIDO PICRICO

3.7.8 ENSAYOS CON KOH EN PRESENCIA DE CLOROFORMO

3.8 CUESTIONARIO

3.8.1 Desde el punto de vista estructural, cual es la diferencia entre alcoholes y fenoles?

3.8.2 En qué se basa la clasificación de los alcoholes en primarios, secundarios y terciarios? explique con ejemplos.

3.8.3 Estructuralmente y con ejemplos prácticos, explique la mayor acidez que presentan los fenoles al compararlos con los alcoholes.

3.8.4 Explique usando fórmulas estructurales el porqué del orden de reactividad de los alcoholes > primarios > secundarios > terciarios frente a

metales alcalinos.

3.8.5 En los fenoles no ocurre el remplazo del grupo OH por otros átomos o grupos. Explique a qué se debe este comportamiento.

3.8.6 Porqué el fenol experimenta reacciones de polisustitución dirigida a posiciones orto y para. a que se debe el hecho de que el grupo OH se considere como activador del anillo bencénico?

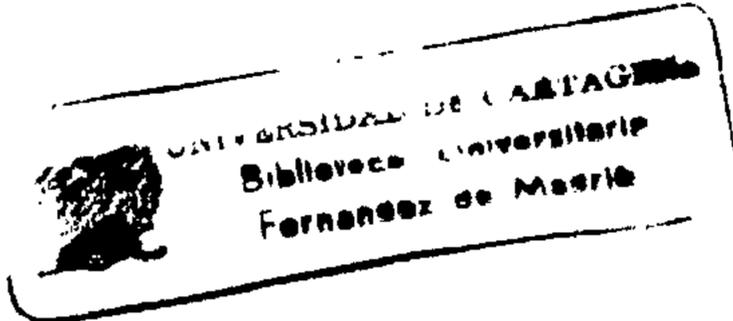
3.8.7 Escriba las ecuaciones químicas correspondientes de las siguientes reacciones.

1. Alcohol etílico más hidróxido de calcio:

2. Fenol más hidróxido de calcio:

3. Alcohol más sodio metálico:

4. Alcohol etílico más ácido acético en medio ácido sulfúrico (en caliente):



5. Alcoholes primarios, secundarios y terciarios más solución de dicromato de potasio en medio ácido sulfúrico:

6. Alcoholes primarios, secundarios y terciarios más solución de permanganato de potasio, en caliente:

PRACTICA No. 4

ANALISIS CUALITATIVO DE ALDEHIDOS Y CETONAS

4.1 INTRODUCCION

El grupo carbonilo $\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{C}}$, es el grupo funcional característico de los aldehídos. En los aldehídos uno de los átomos unidos al carbono es un átomo de hidrógeno, en el otro elemento o grupo puede ser hidrógeno, alquilo o arilo. En el caso de las cetonas, los dos grupos unidos al carbono carboxílico son alquilo o arilo. Existen también las cetonas cíclicas en las que el grupo carbonilo hace parte del anillo.

4.2 OBJETIVOS GENERALES:

Al realizar esta práctica el estudiante debe estar en capacidad:

4.2.1 Comparar experimentalmente las principales propiedades y

reacciones químicas de aldehídos y cetonas.

4.2.2 Reconocer la presencia del grupo carbonilo en aldehídos y cetonas.

4.2.3 Diferenciar mediante reacciones químicas los aldehídos de las cetonas.

4.2.4 Realizar la reacción haloformo para el acetaldehído y metilcetonas.

4.3 OBJETIVOS ESPECIFICOS:

Al finalizar la práctica, se espera que el estudiante:

4.3.1 Identifique aldehídos y cetonas por medio de reacciones químicas características.

4.3.2 Diferenciar un aldehído de una cetona por medio de reacciones químicas.

4.3.3 Compruebe por medio de reacciones características, algunas propiedades químicas de aldehídos y cetonas.

4.4 MATERIALES Y REACTIVOS DE LABORATORIO

4.4.1 MATERIALES:

Papel de filtro

Vaso de precipitado

Mechero

Agitador de vidrio

Tubos de ensayo

Pipetas

Malla de alambre

Baño de María

4.4.2 REACTIVOS DE LABORATORIO

Formaldehído

Acetaldehído

2,4-dinitro fenilhidracina

Reactivo de Tollens

Reactivo de Feheling

Reactivo de Benedict

Reactivo de Yodo-yoduro

Solución de hidróxido de sodio

ácido sulfúrico concentrado

Solución de nitroprusiato de sodio

Solución de permanganato de potasio

4.5 ASPECTO TEORICO

4.5.1 PROPIEDADES FISICAS

El formaldehído es el único aldehído gaseoso a temperatura ambiente. Los demás aldehídos de bajo peso molecular son líquidos, pero del C₁₃ en adelante son sólidos. Las cetonas son líquidas hasta la C₁₀ y de ahí en adelante son sólidas. La polaridad del enlace $\overset{\delta+}{\text{C}}=\overset{\delta-}{\text{O}}$ y la capacidad de enlazarse por puentes de hidrógeno con una sustancia que presente un hidrógeno enlazado a oxígeno o a nitrógeno, dan a las cetonas gran atracción por las moléculas de agua.

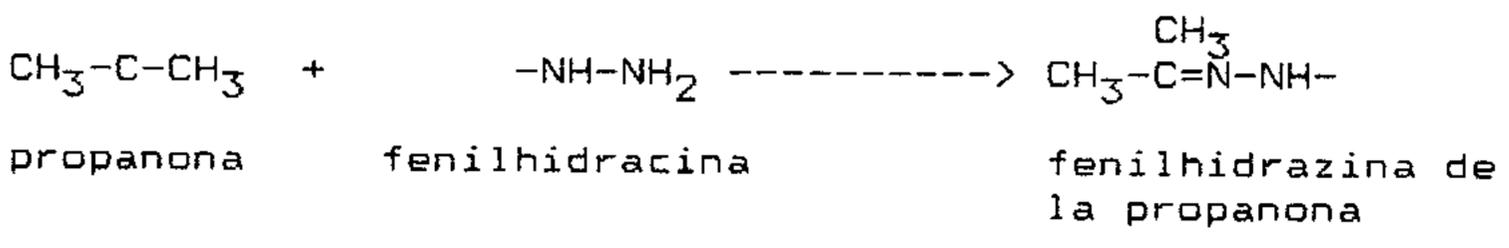
Los compuestos carbonílicos más pequeños, hasta dos o tres carbono, son completamente solubles en agua. Muchos aldehídos y cetonas, son completamente solubles en agua. Muchos aldehídos y cetonas poseen olores distintivos; los de bajo peso molecular tienen olores irritantes, pero los compuestos de masa molecular alta y las cetonas son sustancias fragantes. Los vapores de formaldehído destruyen temporalmente el sentido del olfato.

4.5.2. PROPIEDADES QUIMICAS

La polaridad del grupo carbonilo $\overset{\delta+}{C}=\overset{\delta-}{O}$, por una mayor electronegatividad del oxígeno, induce a una desigual distribución de electrones entre los núcleos de los átomos de carbono y de oxígeno, de tal modo que la densidad electrónica aumenta en el oxígeno y disminuye en torno del carbono. La presencia de insaturación entre carbono, el oxígeno y la polaridad induce a reacciones de adición, en las cuales la parte negativa del compuesto de adición, se une al carbono con deficiencia de electrones; y la parte positiva se une al oxígeno rico en electrones. Otros átomos de aldehídos y cetonas que son afectados por la presencia del grupo carbonilo son los hidrógenos alfa, pues el enlace entre ellos y el carbono se debilita por la presencia de este grupo.

4.5.2.1. FORMACION DE FENILHIDRAZONAS

La fenilhidrazona (C_6H_5NHNH), otro de los derivados del NH_3 , forma con los aldehídos y cetonas derivados sólidos de color amarillo conocido como fenilhidrazonas. Ejemplo:



también se puede utilizar la 2,4 dinitrofenilhidracina, en este caso el precipitado formado de color rojizo o amarillo anaranjado.

4.5.2.2 OXIDACION

Los aldehídos se oxidan muy fácilmente, dando ácidos carboxílicos, mientras que las cetonas se degradan en fragmentos menores en condiciones extremas y con oxidantes fuertes. Los oxidantes suaves más utilizados son los reactivos de Tollens (solución amoniacal de sulfato de plata) y los reactivos de Fehling y Benedict (solución alcalinas de sulfato cúprico con algún agente de quelación).

Con Tollens el aldehído se oxida hasta sal del ácido carboxílico y la plata se reduce hasta plata metálica, formando sobre la superficie del vidrio del tubo de ensayo el espejo de plata.

Con Fehling y Benedict el aldehído se oxida hasta la sal del ácido carboxílico y el cobre se reduce de su forma cúprica a su forma cuprosa, apareciendo un precipitado de color rojo.

También se puede usar una solución diluida de Permanganato de

potasio (1/1000) en medio ácido, lo caual oxida a los aldehídos suavemente pero no a las cetonas, lo cual se evidencia por la de coloración del permanganato de potasio.

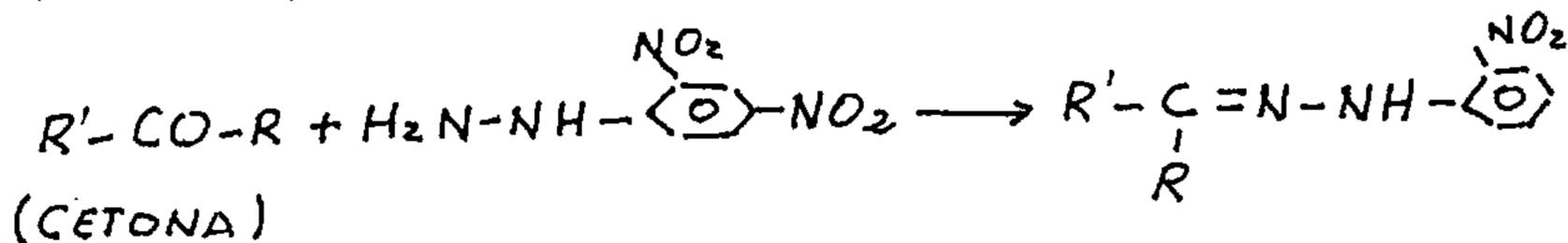
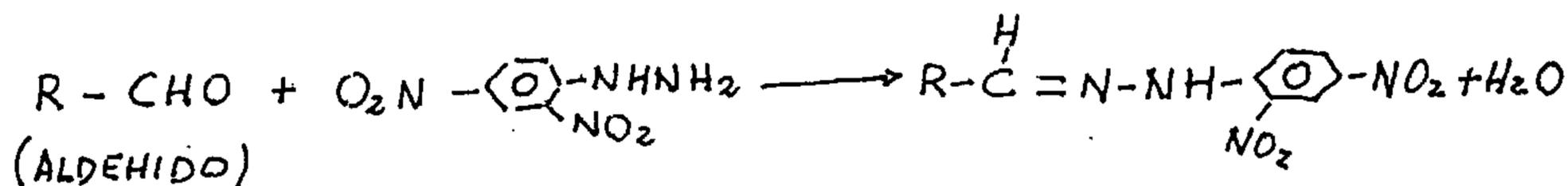
4.5.2.3 REACCIONES DEL YODOFORMO. SUSTITUCION DE HIDROGENO ALFA

Los átomos de hidrógeno unidos al carbono alfa de aldehídos y cetonas pueden ser reemplazados fácilmente por átomos de halógenos en una solución alcalina. Pueden ser sustituidos así: uno o varios átomos, según el tiempo y las condiciones bajo las cuales se efectúa la reacción. Cuando reacciona el acetaldehído con yodo en una solución alcalina, son reemplazados los tres hidrógenos alfa. Las sustancias de este tipo, esto es con tres halógenos sustituyentes sobre un carbono adyacente a un carbonilo, escienden fácilmente con el álcali presente. En esta reacción se precipita yodoformo, un sólido cristalino amarillo, y el proceso es llamado ensayo del yodoformo. Se utiliza para identificar acetaldehído, metil cetonas o compuestos que por oxidación lo producen.

4.6 PARTE EXPERIMENTAL

4.6.1 REACCION CON 2,4- DINITRO FENILHIDRAZINA

La mayoría de los aldehídos y cetonas dan 2,4- dinitrofenilhidrazona insoluble. Las reacciones que se presentan son :



PROCEDIMIENTO:

PASOS:

1. Disuelva 2 gotas del compuesto carbonílico en 0.5 cc de metanol o etanol.
2. En un tubo de ensayo coloque 1 cc del reactivo 2.4- dinitro fenilhidracina y adicione la solución del compuesto carbonílico; agite fuertemente. Si no se forma un precipitado inmediatamente deje en reposo por 10 minutos.

3. Anote los resultados en el punto correspondiente de esta guía.

4.6.2 PRUEBA DE OXIDACION

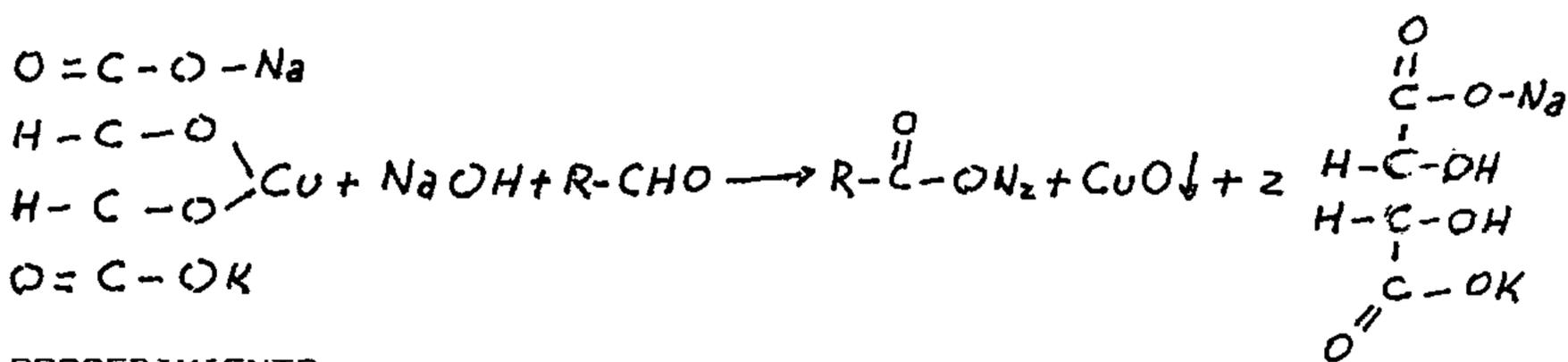
4.6.2.1 ENSAYO DE FEHLING

El reactivo de Fehling consta de 2 soluciones:

Fehling A : Solución de CuSO_4

Fehling B : Tartrato de sodio y potasio (sal de Rochelle) y NaOH .

La reacción que ocurre es :



PROCEDIMIENTO:

PASOS:

1. Mezcle 1 cc de la solución A con 1 cc de solución B.
2. Adicione unos 2 cc de solución de aldehído.
3. Coloque el tubo en un baño de agua hirviente durante 3

}

minutos.

4. Repita el ensayo con una cetona.
5. Observe y anote los resultados en el punto correspondiente de esta guía y escriba la reacción para el aldehído.

4.6.2.2 ENSAYO DE TOLLENS

PASOS:

1. Adicione 2 cc del compuesto carbonílico a 2cc de reactivo de Tollens, recientemente preparado en un tubo de ensayo limpio.
2. Coloque el tubo de ensayo en un baño de agua caliente durante 5 minutos.
3. Observe y anote los resultados en el punto correspondiente de esta guía.
4. Repita el ensayo con una cetona.
5. Observe y anote los resultados en el punto correspondiente y escriba la reacción de oxidación para el aldehído.

4.6.3 ENSAYO DEL YODOFORMO

El acetaldehído y las metilcetonas producen yodoformo (precipitado amarillo) de acuerdo con esta prueba.

PROCEDIMIENTO:

PASOS:

1. A 5 cc de propanona adicione 2 cc de solución de lugol (yodo en yoduro de potasio) y 5 cc de NaOH al 20%.
2. Coloque el tubo en baño de agua caliente a 60°C, durante 5 minutos.
3. Observe y anote los resultados en el punto correspondiente y escriba la reacción.

4.6.4 PRUEBA DEL NITROPRUSIATO DE SODIO PARA CETONAS

Para esta prueba se utilizan los siguientes reactivos:

Nitrato de amonio (30 g)

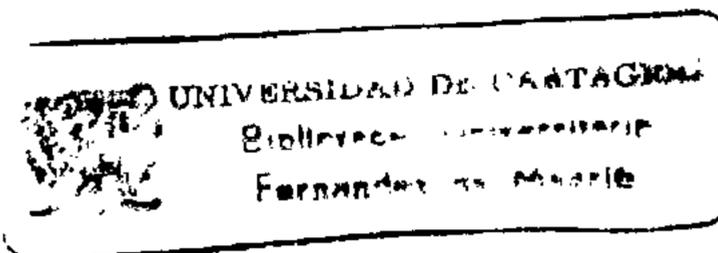
Nitroprusiato sódico (2 g)

Agua destilada (80 mL)

PROCEDIMIENTO:**PASOS:**

1. Colocar en un tubo de ensayo 2 o 3 mL de la cetona.
2. Añadir 1 cc de reactivo, mézclese bien.
3. Agregar una capa de hidróxido de amonio concentrado.
4. Observe y anote los resultados en el punto correspondiente de esta guía y escriba la reacción.

4.7 RESULTADOS**4.7.1 REACCION CON 2,4- DINITRO FENILHIDRACINA****4.7.2 REACCION DE OXIDACION. Ensayo de Fehlig****4.7.3 REACCION DE OXIDACION. Ensayo de Tollens**



4.7.4 ENSAYO DEL YODOFORMO

4.7.5 PRUEBA DEL NITROPRUSIATO DE SODIO PARA CETONA

4.8 CUESTIONARIO

4.8.1 Cúal o cuáles de los siguientes compuestos carbonílicos formarán yodoformo, cuando son tratados con $I_2 + NaOH$?

4.8.2 Cuál es el agente oxidante en el reactivo de Tollens?

4.8.3 Por qué la prueba del yodoformo dá negativa para los siguientes compuestos: CH_3COCH_2-COOR , CH_3COCH_2CN , $CH-CO-CH_2-NO_2$ a pesar de poseer el grupo metil-carbonilo?

PRACTICA No. 5

IDENTIFICACION Y PROPIEDADES DE LOS ACIDOS CARBOXILICOS Y ESTERES ORGANICOS

5.1 INTRODUCCION

La propiedad más característica de los ácidos carboxílicos es su acidez. Son lo suficientemente ácidos para formar sales de sodio al reaccionar con el hidróxido, con el carbonato o bicarbonato de sodio. Esto indica que los ácidos carboxílicos son más fuertes que el agua, el ácido carbónico, y la mayoría de los compuestos orgánicos; y en particular más fuertes que los alcoholes y más débiles que los ácidos inorgánicos.

Otra propiedad importante de los ácidos carboxílicos es la formación de ésteres orgánicos al tratarlos con un alcohol y adicionándole ácido sulfúrico concentrado con calentamiento.

5.2 OBJETIVOS GENERALES:

Al realizar esta práctica el estudiante debe estar en capacidad de:

5.2.1 Identificar a los ácidos carboxílicos.

5.2.2 Identificar a los ésteres orgánicos.

5.2.3 Diferenciar a los ácidos carboxílicos atendiendo su fuerza ácida.

5.3 OBJETIVOS ESPECIFICOS:

Al finalizar la práctica, se espera que el estudiante:

5.3.1 Reconozca a los ácidos carboxílicos por medio de la prueba de acidez.

5.3.2 Reconozca a los ácidos orgánicos por medio de la prueba del hidroxamato.

5.3.3 Diferencie los ácidos carboxílicos, por medio de la fuerza ácida.

5.4 MATERIALES Y REACTIVOS DE LABORATORIO

5.4.1 MATERIALES

Potenciómetro

Vidrio de reloj

Pipeta graduada

Tubos de ensayo

Mechero

Vasos de precipitado

5.4.2 REACTIVOS DE LABORATORIO

Indicador universal

Bicarbonato de sodio

Carbonato de sodio

Solución de hidroxilamina

Solución alcohólica de KOH

Acido clorhídrico 1N

Cloruro Férrico al 5%.

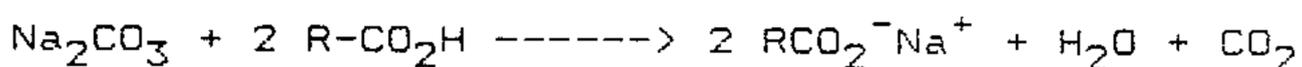
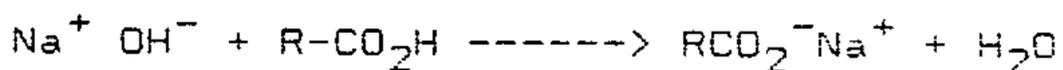
5.5 ASPECTO TEORICO

Los ácidos carboxílicos son compuestos que tienen uno más

grupos carboxilo, $\overset{\text{OH}}{\text{C}}=\text{O}$ ó CO_2H . Por poseer este grupo funcional, un grupo OH, estos compuestos son capaces de formar enlaces por puente de hidrógeno con las moléculas de agua; esto permite que los cuatro miembros inferiores de la serie sean solubles en agua, el quinto es parcialmente soluble y los demás son insolubles. También pueden formar enlaces por puente de hidrógeno moléculas de ácidos carboxílicos entre sí.

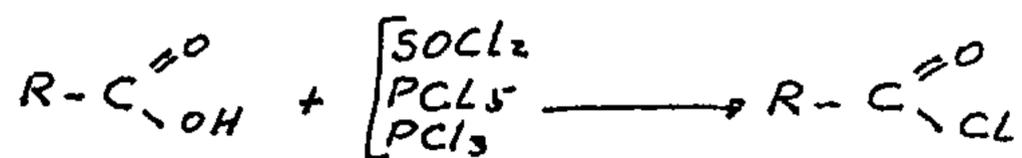
Las reacciones más importantes y comunes de los ácidos carboxílicos alifáticos y aromáticos son:

A) Acidez - Formación de sales:

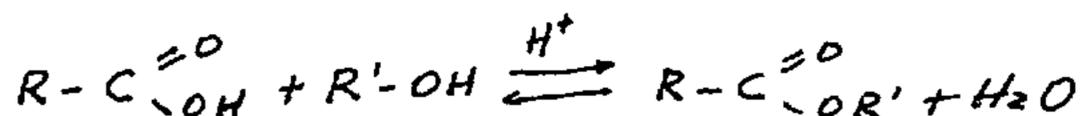


B) Formación de cloruros de acilo y ésteres.

Ejs: 1) Cloruro de acilo:

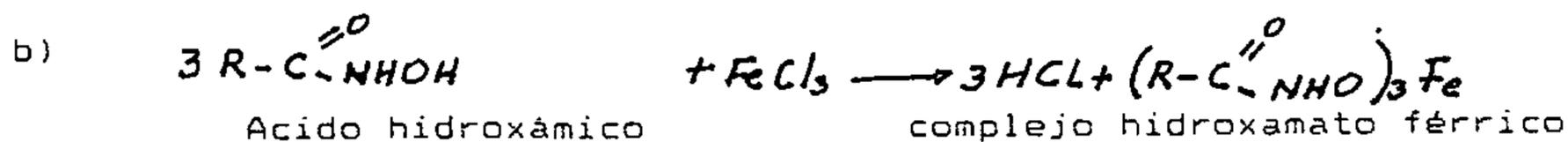


2) Esteres:

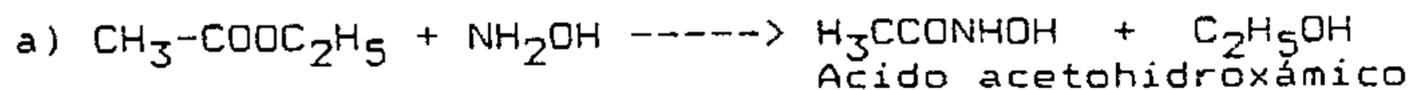


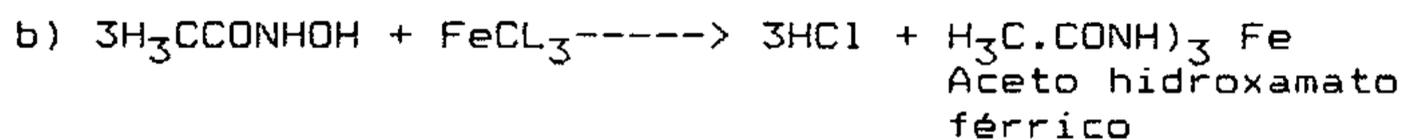
Los ésteres se reconocen por medio de la prueba del hidroxamato. En esta prueba aparecen colores rosado, rojo o violeta indicativos de la presencia de un éster.

Las reacciones de reconocimiento para ésteres son:

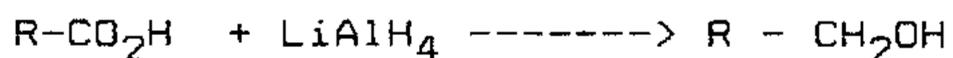


Si se trata del acetato de etilo, éster formado por la reacción entre el ácido acético y el etanol, su reconocimiento es:





C) Reducción:



D). Sustitución en el grupo arilo. El grupo $-\text{CO}_2\text{H}$ es desactivador y orientador meta:

5.6 PARTE EXPERIMENTAL

5.6.1 MEDIDA DEL pH

PROCEDIMIENTO 1. :

PASOS:

1. Tome 3 tubos de ensayos previamente señalados y diferenciados.
2. Deposite en cada tubo de ensayo 1 mL de una solución 0.1 M previamente seleccionado.

5.6.3 REACCION DE ESTERIFICACION

PROCEDIMIENTO:

PASOS:

1. En un tubo de ensayo mezcle 1 mL del ácido carboxílico, 1 mL de alcohol y 1 mL de ácido sulfúrico concentrado.
2. Caliente suavemente la mezcla anterior por 2 minutos.
3. Coloque el tubo de ensayo en agua fría, agite y observe.
4. Anote los resultados en el punto correspondiente de esta guía.

5.6.4 IDENTIFICACION DE LOS ESTERES ORGANICOS: REACCION DEL HIDROXAMATO

PROCEDIMIENTO:

PASOS:

1. Coloque 2 gotas del éster en un tubo de ensayo y agregue 1 mL de solución de hidroxilamina.
2. Caliente la mezcla, deje reposar unos minutos.

3. Añada 2 gotas de solución alcohólica de KOH y caliente suavemente hasta ebullición.
4. Enfríe y acidifique con ácido clorhídrico 1 N.
5. Adicione 1 o 2 gotas de cloruro férrico al 5%.
6. Observe y anote los resultados en el punto correspondiente de esta guía.

5.7 RESULTADOS

5.7.1 MEDIDA DE PH

5.7.2 REACCION CON LOS BICARBONATOS Y CARBONATOS

5.7.3 REACCION DE ESTERIFICACION

5.7.4 IDENTIFICACION DE LOS ESTERES ORGANICOS

5.8 CUESTIONARIO

5.8.1 Haga una lista de ácidos carboxílicos con uno y más grupos carboxílicos en su estructura, escriba su fórmula y dé el nombre IUPAC y su nombre común.

5.8.2 Dé algunos ejemplos de ácidos carboxílicos que se presenten en estado sólido o en estado líquido a temperatura ambiente.

5.8.3 Cómo varía la fortaleza de un ácido carboxílico con respecto al número de grupos carboxílicos y a su constante de disociación.

5.8.4 Además de los ésteres qué otros derivados de ácidos carboxílicos son importantes?

5.8.5 Qué es un ácido graso y diga su importancia biológica.

PRACTICA No. 6

ANALISIS CUALITATIVO DE CARBOHIDRATOS

6.1 INTRODUCCION

Los carbohidratos o glúcidos, compuestos de interés biológico o industrial, se pueden definir como aldehídos o cetonas polihidroxiladas y constituyen un 10% de la materia orgánica de la célula viva.

Ellos desempeñan papeles fisiológicos importantes como fuente de energía para la célula, como reserva de energía química, como unidades estructurales en las paredes y membranas celulares además en los componentes celulares responsables de las funciones y el crecimiento.

6.2 OBJETIVOS GENERALES:

Al realizar esta práctica el estudiante debe estar en capacidad de:

6.2.1 Identificar la presencia de carbohidratos utilizando la prueba de Molisch.

6.2.2 Clasificar los hidratos de carbono en monosacáridos y disacáridos a partir de la prueba de Barfoed.

6.2.3 Comprobar el caracter reductor de algunos azúcares a partir de reacciones químicas.

6.2.4 Diferenciar aldosas y cetosas por la prueba de Seliwanoff's.

6.2.5 Diferenciar pentosas y hexosas a partir de la prueba de Bial.

6.3 OBJETIVOS ESPECIFICOS:

Al finalizar la práctica se espera que el estudiante:

6.3.1 Identifique y clasifique los hidratos de carbono.

6.3.2 Compruebe el caracter reductor de algunos azúcares comunes.

6.3.3 Diferencie aldosas y cetosas.

6.3.4 Diferencie hexosas y pentosas.

6.4 MATERIALES Y REACTIVOS DE LABORATORIO

6.4.1 MATERIALES

Papel del filtro

Vasos de precipitado

Baño de maria

Mechero

Tubos de ensayos

Pipetas

Malla de alambre

6.4.2 REACTIVOS DE LABORATORIO

Reactivo de Barfoed

Reactivo de Molisch

Reactivo de Seliwanoff's

Reactivo de Tollens

Reactivo de Fehling

Reactivo de Benedict

2,4 -dinitrofenilhidracina

Glucosa

Fructosa

Sacarosa

Manosa

Galactosa

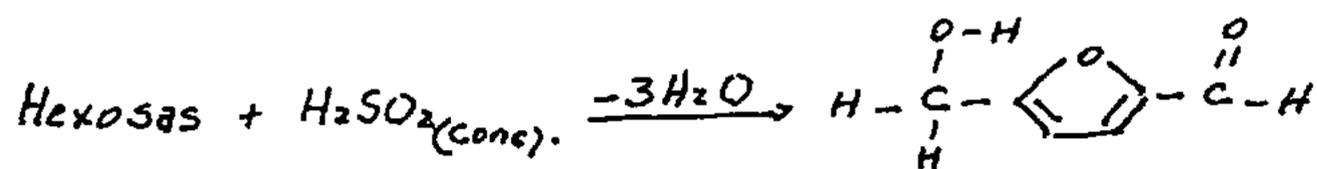
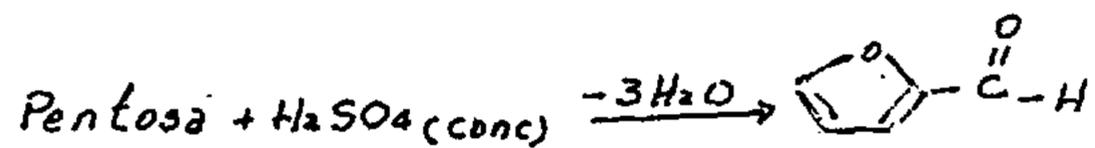
Maltosa

6.5 ASPECTO TEORICO

Los oligo y polisacáridos se hidrolizan por calentamiento con ácido mineral concentrado formando monosacáridos.

Los monosacáridos pueden deshidratarse con este mismo ácido para producir Furfural ó 5- hidroximetilfurfural.

Dos reacciones de ejemplo son las siguientes:



EL furfural o el 5- hidroximetilfurfural, formados durante esta reacción, se combinan con compuestos fenólicos como el alfa-naftol, orcinol ó resorcinol para formar compuestos quinónicos coloreados. En esta propiedad se basan los métodos de identificación de Molisch (para cualquier carbohidrato), Bial (para pentosas) y Seliwanoff'S (para cetosas).

6.5.1 OXIDACION

Todos los monosacáridos y los disacáridos (excepto la sacarosa) se oxidan fácilmente con oxidantes tan suaves como los reactivos de Tollens, Fehling y Benedict. Los carbohidratos que se dejan oxidar reciben el nombre de azúcares reductores.

Todos los azúcares reductores son capaces de reducir el ión Ag^+ a Ag^0 y el ión Cu^{2+} a ión Cu^{+1} .

Los monosacáridos son más fácilmente oxidables que los disacáridos y para diferenciar estos carbohidratos se usa el reactivo de Barfoed, el cual actúa de manera idéntica a los reactivos Fehling o Benedict o sea reduciendo el cobre de su forma cúprica (azúl) a su forma cuprosa (roja).

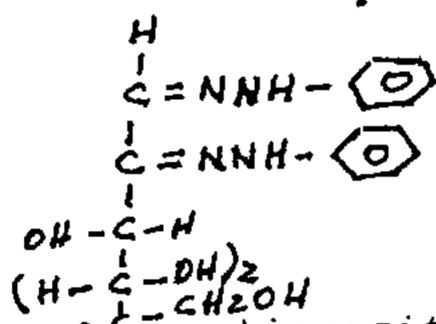
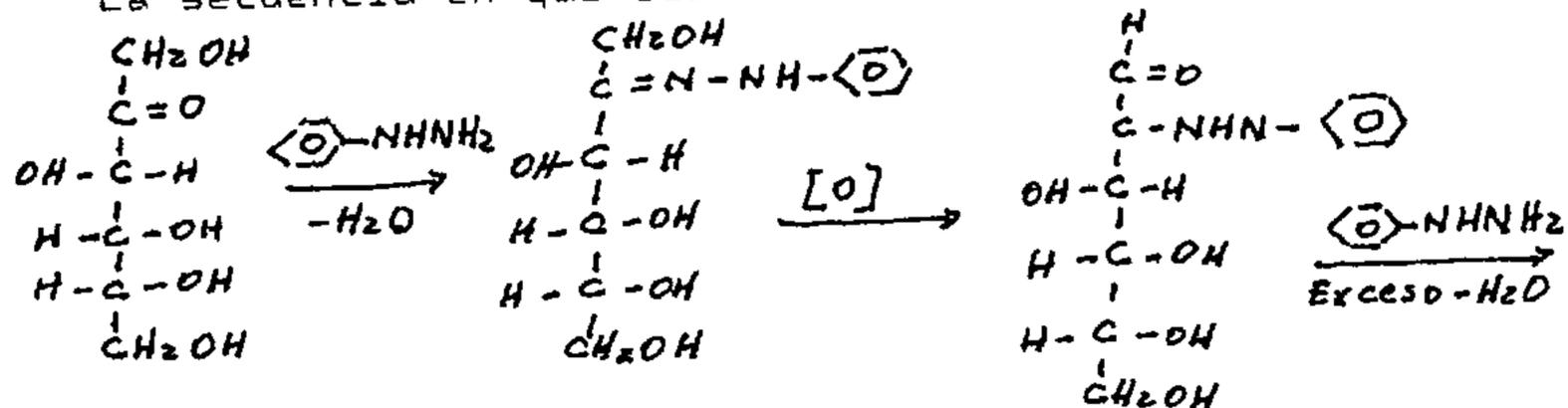
La conversión del grupo aldehído de la glucosa en ácido carboxílico por oxidación, produce el llamado ácido glucónico. La oxidación tanto del aldehído (C_1) como del alcohol primario (C_6) produce ácido glucárico: la oxidación únicamente del alcohol primario (C_6) produce ácido glucurónico.

Cuando se está trabajando en un medio alcalino, lo que se obtiene como producto de la oxidación son sales sódicas, potásicas o amónicas de los ácidos respectivos.

6.5.2 FORMACION DE OSAZONAS

Los monosacáridos y disacáridos reductores reaccionan con la fenilhidracina produciendo fenilosazonas de color amarillo, que se utilizan para identificar el tipo de azúcar con base en los cristales característicos de estos derivados observados al microscopio ordinario.

La secuencia en que ocurren la reacción es la siguiente :



A continuación en la Tabla 2 encontramos el tiempo de formación de las osazonas de los principales azúcares y su punto de fusión.

TABLA 2

TIEMPO DE FORMACION Y PUNTO DE FUSION DE LAS
OSAZONAS DE LOS PRINCIPALES AZUCARES

| AZUCAR | TIEMPO DE FORMACION DE LA OSAZONA (en min) | PUNTO DE FUSION EN (en °C) |
|-----------|--|----------------------------|
| Manosa | 0.5 | 205 |
| Fructuosa | 2 | 205 |
| Xilosa | 7 | 164 |
| Ramposa | 9 | 185 |

| | | |
|---------------------|--|----------|
| Arabinosa | 9 | 166 |
| Galactosa | 15 -19 | 196 |
| Glucosa | 4 | 205 |
| Sacarosa | 30 | 205 |
| Maltosa | no precipita de la solución en caliente | 130 |
| β -D lactosa | no precipita de la solución en caliente. | 253 -255 |
| α -D lactosa | no precipita de la solución en caliente. | 219 |

6.6 PARTE EXPERIMENTAL

Los carbohidratos también dan las reacciones características de aldehídos y de cetonas como son: Reacción con la 2,4 dinitrofenilhidracina, ensayo de Fehling, ensayo de Tollens.

El modo de realizar el ensayo es igual al practicado para aldehídos y cetonas.

6.6.1 ENSAYOS DE MOLISCH

Cualquier carbohidrato en presencia de H_2SO_4 concentrado, produce furfural o un derivado del furfural, el cual forma posteriormente con el alfa-naftol, un complejo de color púrpura violeta.

PROCEDIMIENTO:

PASOS :

1. Coloque 1 cc de solución de glucosa en un tubo de ensayo, adicione 3 gotas de solución alcohólica de naftol al 10%.
2. Añada poco a poco, inclinando el tubo y deje resbalar por las paredes 5 gotas de H_2SO_4 concentrado, procure no agitar.
3. Observe y anote los resultados.
4. Repita el ensayo con otros carbohidratos y anote los resultados.

6.6.2 DIFERENCIACION ENTRE MONOSACARIDOS Y DISACARIDOS. ENSAYO DE BARFOED

Los monosacáridos son más fácilmente oxidables que los disacáridos.

Para establecer la diferencia entre estas dos clases se utiliza el reactivo de Barfoed, que consiste en una solución de acetato cúprico y ácido acético glacial y cuyo fundamento químico es idéntico al de los ensayos de Fehling o Benedict.

PROCEDIMIENTO:**PASOS:**

1. Coloque 2cc de reactivo de Barfoed en un tubo de ensayo y adicione 1cc de solución de carbohidrato.

2. Caliente el tubo en un baño de agua hirviente. Tan pronto introduzca el tubo en el baño, empiece a contabilizar el tiempo hasta observar los primeros tintes rojizos del precipitado Cu_2O .

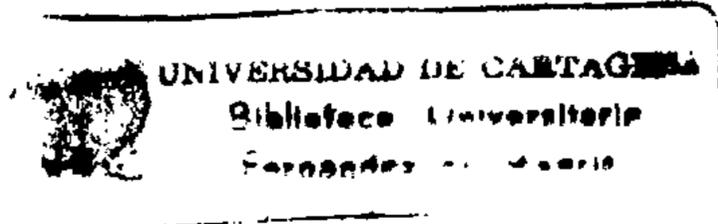
Anote el tiempo.

Si el precipitado aparece antes de 5 minutos, se trata de un monosacárido. Los disacáridos demoran mucho más de este tiempo para producir el precipitado.

3. Anote sus observaciones

6.6.3 PRUEBA PARA PENTOSAS. ENSAYO DE BIAL

El reactivo de Bial está formado HCl concentrado y orcinol (3,5-dihidroxitolueno) y produce coloraciones verdosas o azul verdosas con las pentosas.

**PROCEDIMIENTO:****PASOS:**

1. A una gota de solución de pentosa, adicione 1 mL de reactivo de Bial.
2. Coloque el tubo en un baño de agua hirviendo.
3. Observe y anote los resultados.

Algunos caarbohidratos complejos pueden dar ensayos negativos, especialmente los insolubles en agua.

6.6.4 PRUEBA PARA CETOSAS. ENSAYO DE SELIWANOFF'S

La reacción está basada en la conversión de la cetosa en hidroximetilfurfural y su posterior condensación con resorcinol (1,3 dinitrobenzeno) para formar un complejo de rojo cereza.

PROCEDIMIENTO:**PASOS:**

1. Mezcle 1 cc de la solución de carbohidrato con 1 cc de reactivo de Seliwanoff's.

2. Caliente la mezcla a ebullición en baño de María.

3. Observe y anote los resultados.

6.6.5 ENSAYO PARA PENTOSAS. REACTIVO DE TOLLENS PARA PENTOSAS

Se basa en el ensayo en la producción de furfural por medio del HCl y la posterior identificación con el fenol, en este caso floroglucinol para dar compuestos rojos. Otros carbohidratos pueden producir colores amarillo, naranja o carmelita.

PROCEDIMIENTO:

PASOS:

1. Disuelva 10 mg del compuesto en 5 mL de HCl 6 N y agregue 10 mg de floroglucinol.

2. Caliente la mezcla a baño de María durante 1 minuto.

3. Observe y anote los resultados.

6.6.6 FORMACION DE OSAZONAS

Las osasonas poseen forma cristalina característica, vista al

microscopio ordinario, hecho que se utiliza en la caracterización de los azúcares.

PROCEDIMIENTO:

PASOS:

1. En un tubo de ensayo coloque unas 10 gotas de la solución de carbohidrato y unas 30 gotas de Reactivo de fenilhidracina.
2. Agite cuidadosamente con una varilla de vidrio y coloque el tubo en un baño hirviendo durante 10 minutos.
3. Saque el tubo, enfríelo bajo chorro de agua fría, dejándola correr por el exterior del tubo.
4. Agite fuertemente. Si no se forma precipitado, vuelva a calentar por 10 minutos y enfríe con agua. Raspe suavemente las paredes del tubo con una varilla de vidrio. Los azúcares reductores forman un precipitado amarillo correspondiente a la fenilosazona.
5. Anote sus observaciones de la experiencia en el punto correspondiente.

6.7 RESULTADOS

6.7.1 ENSAYOS DE MOLISCH

6.7.2 ENSAYO DE BARFOED PARA DIFERENCIAR MONOSACARIDOS Y DISACARIDO

6.7.3 PRUEBA PARA PENTOSAS. ENSAYO DE BIAL

6.7.4 PRUEBA DE CETOSAS. ENSAYO DE SELIWANOFF'S

6.7.5 ENSAYO PARA PENTOSAS. REACTIVO DE TOLLENS PARA PENTOSAS

6.7.6 FORMACIaN DE OSAZONAS

*

6.8 CUESTIONARIO

6.8.1 Qué rasgos estructurales característicos tiene que poseer un disacárido para ser un azúcar reductor? Escriba un ejemplo.

6.8.2 Qué monosacáridos se obtendrán por hidrólisis en medio ácido de:

- a) Lactosa b) Glicógeno c) Maltosa d) Sacarosa
- e) Almidón

6.8.3 Analice el siguiente cuadro y concluya las características del compuesto analizado.

| PRUEBA | RESULTADO | INTERPRETACION |
|--------------|---------------------------|----------------|
| Molisch | color púrpura violeta | |
| Benedict | precipitado rojo | |
| Barfoed | precipitado rojo en 3 min | |
| Bial | color verdoso | |
| Seliwanoff?s | color cereza | |

BIBLIOGRAFIA

De la Torre G. y Moreno P. Química Orgánica. Volumen 1 y 2
Unisur. 1989.

Fessenden-Fessenden. Química Orgánica. Editorial
Iberoamericana. México. 1983.

Morrison-Boyd. Química Orgánica. Fondo Educativo
Iberoamericano. Bogotá. 1976.

Sedan B. Yidios. Análisis Químico Orgánico Aplicado. Universidad
de Cartagena. 1976.