



Casa abierta al tiempo

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA METROPOLITANA
UNIDAD IZTAPALAPA

Manual de prácticas de laboratorio Análisis Funcional Orgánico



José María Adolfo **Barba Chávez**

Javier Isidoro **López Cruz**

Francisco **Cruz Sosa**



**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA METROPOLITANA
UNIDAD IZTAPALAPA**

Dr. Salvador Vega y León
Rector General

Mtro. Norberto Manjarrez Álvarez
Secretario General

UNIDAD IZTAPALAPA

Dr. Javier Velázquez Moctezuma
Rector

Dr. Miguel Ángel Gómez Fonseca
Secretario

Dr. Rubén Román Ramos
Director de la División de Ciencias Biológicas y de la Salud

Dr. Octavio Loera Corral
Jefe del Departamento de Biotecnología

Dra. Milagros Huerta Coria
Coordinadora de Extensión Universitaria

Lic. Adrián Felipe Valencia Llamas
Jefe de la Sección de Producción Editorial

Primera Impresión 2013

**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA METROPOLITANA
UNIDAD IZTAPALAPA**

Av. Michoacán y La purísima
Iztapalapa, 09340. México, D. F.

Impreso y hecho en México/*Printed in Mexico*

Índice

Prólogo	7
Introducción	9
Tema 1. Seguridad en el laboratorio	11
Objetivo	11
Introducción	11
A. Recursos para la prevención de accidentes	11
A-1. Señalamientos para el uso de implementos de seguridad	11
A-2. Publicación de los instructivos respectivos para la seguridad en el laboratorio	12
A-3. Recomendaciones para preservar la seguridad	16
B. Recursos para la atención de accidentes	17
B-6. Teléfonos de emergencia	20
Simbología para denotar los riesgos de los reactivos químicos	21
Bibliografía	24
Tema 2. Preparación de soluciones (Kit de reactivos)	25
Objetivo	25
Introducción	25
Reactivos preparados por el profesor	27
Metodología	27
Bibliografía	29
Tema 3. Análisis cualitativo elemental: "método de lassaigne o fusión alcalina"	31
Objetivo	31

Introducción	31
Metodología	32
Bibliografía	35
Tema 4. Clasificación de compuestos orgánicos por su solubilidad	37
Objetivo	37
Introducción	37
Metodología	38
Bibliografía	51
Tema 5. Separación de mezclas	53
Objetivo	53
Introducción	53
Metodología	53
Bibliografía	56
Tema 6. Identificación de grupos funcionales	57
Objetivo	57
Introducción	57
Metodología	57
Bibliografía	90
Tema 7. Pruebas de caracterización química para compuestos farmacéuticos. "Problemas prácticos"	91
Objetivo.	91
Introducción	91
Metodología	91
Bibliografía	99

Tema 8.	Determinación estructural en compuestos orgánicos.	101
	Objetivo	101
	Introducción	101
	Reglas generales para la resolución de problemas.	101
	Bibliografía	107
	Bibliografía adicional	107

Prólogo

Desde el surgimiento de los métodos instrumentales, el análisis cualitativo orgánico por vía húmeda (ensayo a la gota) ha dejado de ser una herramienta indispensable para identificar o elucidar la estructura molecular de un compuesto orgánico, sin embargo no ha perdido su vigencia ya que es una forma sencilla y de bajo costo de analizar un compuesto orgánico y además puede ser un complemento a los datos proporcionados por los análisis espectroscópicos. Por otra parte, el conocer los fundamentos teórico – prácticos del análisis funcional orgánico será para los alumnos de química orgánica, bioquímica o ciencias relacionadas, un apoyo para predecir la fórmula molecular de una sustancia orgánica con los datos experimentales obtenidos en el laboratorio.

Este Manual de Temas de Laboratorio tiene el objetivo de complementar la parte teórica del curso teórico práctico de Análisis Funcional Orgánico. El manual presenta cinco temas prácticos y dos de resolución de problemas, cada tema práctico contiene objetivos, introducción, material, reactivos, procedimiento, reporte de resultados y bibliografía con lo cual los alumnos tendrán un panorama completo de cómo desarrollar la parte práctica del curso. Un aspecto importante del manual, es la vinculación de la parte práctica con el contenido teórico de la UEA.

Esta obra es el resultado de impartir por más de treinta años el curso teórico práctico de Análisis Funcional Orgánico a los alumnos de la Licenciatura de Ingeniería Bioquímica Industrial como un curso obligatorio, pero debido la propuesta de modificación de la Licenciatura de Ingeniería Bioquímica Industrial la cual fue aprobada en la sesión 340 del Consejo Académico celebrada el 28 de octubre de 2011; la UEA de Análisis Funcional Orgánico quedo integrada al área de orientación de la Licenciatura de Ingeniería Bioquímica Industrial como una UEA optativa; esta UEA también se ofrecerá como un curso optativo a los alumnos de la División de Ciencias Biológicas y de la Salud y a los alumnos de la demás divisiones de la Unidad Iztapalapa. El Manual de Temas será de utilidad a los alumnos de las diferentes Licenciaturas que tengan relación con el conocimiento químico de la Unidad Iztapalapa de la UAM, como también a los alumnos de otras instituciones de educación superior.

Introducción

Para realizar la identificación sistemática de un compuesto orgánico determinado, es indispensable iniciar el análisis identificando cada uno de los elementos que lo conforman; para lograr este objetivo es necesario romper los enlaces covalentes mediante una fusión alcalina para obtenerlos en forma iónica. Los elementos que se encuentran en las sustancias orgánicas son generalmente los encontrados en los seres vivos (C, H, O, N, S, P, Cl, Br, I). Para el reconocimiento de alguno de estos elementos y otros como azufre, nitrógeno, fósforo ó algún halógeno, es necesario someter al compuesto orgánico a una combustión en presencia de un metal alcalino como sodio ó potasio, mediante la cual estos elementos se transforman en iones fácilmente identificables.

Para continuar la identificación sistemática del compuesto orgánico es necesario realizar pruebas de solubilidad, para lo cual se disuelve el compuesto sólido o líquido en soluciones específicas (H_2O , NaOH diluido, $NaHSO_3$ diluido, HCl diluido y H_2SO_4 concentrado). El comportamiento de solubilidad de la sustancia orgánica da una orientación del tipo de compuesto que se está analizando; por ejemplo según su solubilidad se puede clasificar un compuesto como ácido, básico o neutro.

Un tercer paso es la aplicación de las pruebas de clasificación de grupos funcionales. Se sugiere que una forma de iniciar la parte experimental es que al mismo tiempo que se efectúa una prueba con la sustancia desconocida, deberá realizarse una prueba control con alguno de los compuestos sugeridos en la literatura para cada prueba. Así, será posible hacer comparaciones directas e inmediatas entre los resultados de los experimentos sobre los compuestos conocidos y el desconocido. Es importante tener en cuenta las siguientes observaciones en las pruebas de clasificación: 1) observar cómo se manifiestan las pruebas positivas o negativas, puede haber interpretaciones erróneas 2) excluir la presencia de algunos grupos funcionales y 3) es preferible no ensayar todos los reactivos sobre cada sustancia desconocida ya que puede ocasionar serias confusiones.

Al terminar con las pruebas de clasificación, se reúne y clasifica toda la información recabada sobre el compuesto orgánico problema (punto de ebullición o de fusión, comportamiento en la ignición, solubilidad y pruebas de clasificación). A partir de estos datos y de las propiedades físicas del compuesto (color, estado físico, olor), generalmente es posible obtener indicios acerca del tipo de grupos funcionales que puedan estar presentes en el compuesto problema.

Finalmente, el último paso en la identificación, es la búsqueda de información específica concerniente a la presencia o ausencia de grupos funcionales comunes. Para este propósito deben seleccionarse algunos reactivos de clasificación. Algunos de estos reactivos son específicos para un grupo funcional en particular, ya que cada prueba que se desarrolle en esta práctica posee determinadas limitaciones.

Es importante tener en cuenta que por acuerdo institucional. "Toda UEA que contemple en su programa de estudios actividades experimentales (prácticas de laboratorio) deberá contar con un manual de prácticas. En éste se señalarán los objetivos, la programación de las actividades, la relación de los equipos, materiales y artículos consumibles que serán utilizados, así como la disponibilidad de los mismos. Además, se incluirá información explícita acerca de las medidas de seguridad y, en su caso, las concernientes a la disposición de residuos o desechos que deberán observarse de acuerdo con las indicaciones de los profesores asignados. En este Manual, los ensayos son a la gota, por lo que se trabajará con cantidades de reactivos del orden de mg o mL por lo que los residuos provenientes de las prácticas serán mínimos; los residuos orgánicos serán depositados en contenedores de plástico habilitados ex profeso y los acuosos serán lavados con agua de la llave.

Se considera que es importante resaltar que en el presente Manual se presentan las prácticas del curso de Análisis Funcional Orgánico, teniendo como directrices para su elaboración: 1) La experiencia obtenida por los Profesores en la impartición de ésta UEA durante todo el tiempo que estuvo como UEA obligatoria en la Licenciatura de Ingeniería Bioquímica industrial y 2) La vinculación de las prácticas propuestas con el contenido sintético del programa de estudios.

Tema 1

Seguridad en el laboratorio

Objetivo

El alumno identificará los recursos de prevención y atención de accidentes que disponen los laboratorios de docencia, conociendo su ubicación para el uso de los mismos en caso de eventualidades.

Introducción

Las prácticas de laboratorio comprenden temas que están vinculados con el manejo continuo de reactivos químicos en cada una de las prácticas a desarrollar, las cuales inician a partir del segundo tema y terminan en el séptimo tema; por lo cual es importante que el alumno reconozca a detalle los emblemas de seguridad para evitar algún accidente, que conozca las reglas de laboratorio, los instructivos de seguridad, las instrucciones en caso de sismo, las recomendaciones para evitar pérdidas personales, los recursos para la atención de accidentes, las rutas de evacuación, los teléfonos de emergencia, los símbolos de los riesgos de las sustancias químicas y el código de colores de las tuberías.

En las instituciones educativas, gubernamentales y en la industria existen, dibujos e imágenes con carácter de señalamiento que permite conocer los procedimientos de seguridad, por lo cual es importante tomarlos en cuenta como una medida de seguridad, así como una muestra de cultura, buenas costumbres y de respeto entre los alumnos que integran los equipos de laboratorio.

El objetivo del tema 1 es que los alumnos conozcan el reglamento de laboratorio, los emblemas, accesorios y avisos de seguridad más comunes que deben respetar por el bien común. Por otra parte, también es importante que conozcan al personal administrativo que atienden las necesidades de material y reactivos ya que conocen la ubicación de los recursos con los que cuenta el laboratorio en caso de accidente.

Recursos

Para cumplir con el objetivo señalado, el profesor presentará inicialmente estos recursos a los alumnos, mediante un recorrido por el área de laboratorios correspondiente al curso experimental de la UEA en cuestión. Todas las áreas de laboratorios de docencia de la División de Ciencias Biológicas y de la Salud cuentan con los recursos para preservar la seguridad en estos espacios. Estos recursos se pueden agrupar en dos conceptos: (A) los que se enfocan a la prevención de los accidentes y (B) los que permiten enfrentar las contingencias.

A. Recursos para la prevención de accidentes.

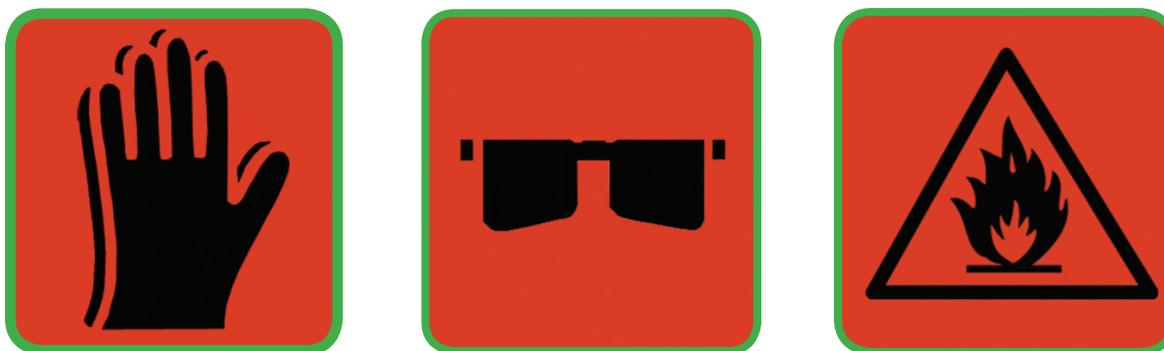
A-1. Señalamientos para el uso de implementos de seguridad.

Los señalamientos para el uso de implementos que permitan evitar daños personales, como una medida obligatoria en los laboratorios de docencia, la cual se enmarca en el Instructivo del Funcionamiento Interno y Operativo para Regular el Uso de los Servicios e Instalaciones de los Laboratorios de Docencia, se encuentran a la vista en los pasillos y laboratorios de las áreas de docencia. En primer lugar, el uso obligatorio de la bata (Imagen 1) que previene de daños en ropa y partes del cuerpo. La prohibición de fumar en áreas de destinadas de trabajo, y la de ingerir alimentos en durante el desarrollo de la práctica.

Imagen 1: Uso de la bata y medidas preventivas dentro del laboratorio.



Imagen 2: Guantes de seguridad, lentes de seguridad, prevención e incendio.



Se recomienda el uso de guantes en el caso de manejar sustancias peligrosas, así como el uso de lentes de seguridad para evitar daños por salpicaduras en los ojos cuando lo indique el Profesor de Laboratorio o el Manual de Laboratorio (imagen 2). Así mismo, se indica la precaución de fuego en las prácticas que utilicen disolventes volátiles orgánicos, líneas de gas y otras causas de posible incendio, para realizar las medidas de seguridad oportunas para prevenir algún accidente.

A-2. Publicación de los instructivos respectivos para la seguridad en el laboratorio.

En cada área de laboratorios se encuentra publicado el Instructivo del Funcionamiento Interno y Operativo para Regular el Uso de los Servicios e Instalaciones de los Laboratorios de Docencia (IFIORUSILD), aprobado por el Consejo Académico en la Sesión Número 314, del 9 de noviembre de 2009 (Imagen 3), así como los decálogos dirigidos respectivamente a alumnos (Imagen 4), profesores (Imagen 5) y laboratoristas (Imagen 6). En estos instructivos se indican las reglas para permanecer y conducirse en las áreas de los laboratorios de docencia.

Imagen 3: Instructivo para los laboratorios.


Casa abierta al tiempo
UNIVERSIDAD AUTÓNOMA METROPOLITANA

INSTRUCTIVO DEL FUNCIONAMIENTO INTERNO Y OPERATIVO PARA REGULAR EL USO DE LOS SERVICIOS E INSTALACIONES DE LABORATORIOS DE DOCENCIA DE LA UNIDAD IZTAPALAPA

APROBADO POR EL CONSEJO ACADÉMICO EN LA SESIÓN
NÚMERO 314, DEL 9 DE NOVIEMBRE DE 2009

**CAPÍTULO I
DISPOSICIONES GENERALES**

ARTÍCULO 1.
El presente instructivo contiene las disposiciones referentes al funcionamiento interno y operativo para regular el uso de los servicios e instalaciones de los laboratorios de docencia de la Unidad Iztapalapa.

ARTÍCULO 2.
Los laboratorios de docencia serán utilizados exclusivamente para la realización de prácticas de laboratorio y actividades experimentales afines.

ARTÍCULO 3.
Toda UEA que contemple en su programa de estudios actividades experimentales (prácticas de laboratorio) deberá contar con un manual de prácticas. En éste se señalarán los objetivos, la programación de las actividades, la relación de los equipos, materiales y artículos consumibles que serán utilizados, así como la disponibilidad de los mismos. Además, se incluirá información explícita acerca de las medidas de seguridad y, en su caso, las concernientes a la disposición de residuos o desechos que deberán observarse de acuerdo con las indicaciones de los Anexos referidos en el artículo 27.

ARTÍCULO 4.
Los manuales de prácticas mencionados en el artículo anterior deberán ser elaborados por los profesores involucrados en la impartición de la UEA correspondiente, a solicitud del Director de la División o del Jefe de Departamento, y en su caso actualizados, en atención a las necesidades propias de la UEA.

**CAPÍTULO II
DE LOS USUARIOS**

ARTÍCULO 5.
Son usuarios de los laboratorios de docencia de la Unidad Iztapalapa, el personal académico y los alumnos de la Universidad, así como el personal académico y los alumnos de otras instituciones de educación superior con las que se haya celebrado un convenio de colaboración.

**CAPÍTULO III
DEL SERVICIO**

ARTÍCULO 6.
El Coordinador de Laboratorios de Docencia será el responsable del resguardo, buen uso y conservación de los equipos, materiales y espacios físicos que le hayan sido asignados. Para ello contará con el apoyo del personal administrativo adscrito a su coordinación, el cual desempeñará sus actividades de acuerdo con sus funciones.


Casa abierta al tiempo
UNIVERSIDAD AUTÓNOMA METROPOLITANA

ARTÍCULO 7.
El Coordinador de Laboratorios de Docencia será el responsable de gestionar, con la anticipación requerida, la adquisición de los materiales y equipos necesarios para la realización de las prácticas de la UEA programadas en un trimestre lectivo, de acuerdo con los recursos disponibles. Para ello, los profesores deberán entregar oportunamente a la Coordinación de Laboratorios correspondiente la información relativa a las necesidades para la ejecución de su programa de prácticas.

ARTÍCULO 8.
En la programación de la docencia, las divisiones académicas de la Unidad procurarán dar prioridad en la asignación de horarios a las actividades de laboratorio.

ARTÍCULO 9.
Las prácticas de laboratorio y demás actividades experimentales deberán realizarse siempre bajo la supervisión del profesor responsable.

ARTÍCULO 10.
Para obtener en préstamo los equipos y materiales necesarios para el desarrollo de las prácticas de laboratorio, el usuario deberá presentar su credencial institucional vigente al laboratorista y llenar un vale que ampare lo concedido en préstamo.

ARTÍCULO 11.
En la operación de los equipos se deberá observar las indicaciones contenidas en el manual del usuario o en el protocolo de la práctica correspondiente.

ARTÍCULO 12.
Los materiales y los equipos de los laboratorios de docencia están destinados prioritariamente a la enseñanza. En virtud de lo anterior, las solicitudes de préstamo para otros fines (investigación o difusión) deberán dirigirse por escrito al Coordinador de Laboratorios respectivo; su autorización estará sujeta a la disponibilidad y no podrán concederse por más de un trimestre.

ARTÍCULO 13.
La realización de prácticas de laboratorio o actividades experimentales no programadas con antelación, la repetición de las mismas y la ampliación de los horarios de trabajo en los laboratorios, deberán solicitarse oportunamente y por escrito al Coordinador de Laboratorios, en el formato que al efecto se proporcione en dicha coordinación. La aprobación de esta solicitud estará sujeta a la disponibilidad de horarios y de recursos humanos y materiales.

ARTÍCULO 14.
Cuando se requiera realizar prácticas o actividades experimentales fuera de los laboratorios de docencia, el profesor deberá solicitar el préstamo de los materiales y equipos necesarios, al menos con una semana de anticipación y por escrito al Coordinador de Laboratorios de Docencia, en el formato que al efecto se proporcione en dicha coordinación, quien resolverá quién resolverá lo procedente en función de la disponibilidad.
Cuando estos bienes vayan a emplearse fuera de la Universidad, su salida deberá solicitarse de acuerdo con el procedimiento existente para tal efecto en la Unidad. Al término de la actividad, deberán reintegrarse a la Coordinación de Laboratorios en el mismo estado en que lo recibieron.


Casa abierta al tiempo
UNIVERSIDAD AUTÓNOMA METROPOLITANA

ARTÍCULO 15.
El uso de la infraestructura, materiales y equipos de los laboratorios de docencia de la División, por profesores y alumnos de otras divisiones de la Unidad, otras Unidades de la UAM u otras instituciones, estará sujeto a su disponibilidad, a juicio del coordinador respectivo, y se ajustará a los procedimientos que al efecto definen las Divisiones involucradas o, en su caso, a los términos del convenio interinstitucional correspondiente.

ARTÍCULO 16.
Cuando las actividades experimentales así lo requieran, algunos materiales podrán ser almacenados temporalmente en las gavetas y estantes disponibles en los laboratorios de docencia, previa solicitud por escrito dirigida al Coordinador y debidamente aprobada. Todos los materiales que se pretenda almacenar deberán estar rotulados y cumplir con las normas de seguridad aplicables. Así mismo, en las gavetas y estantes se deberá colocar un letrero con los siguientes datos: nombre del usuario, cubículo, teléfono, UEA, contenido y fecha de inicio y término del uso.
No podrán ser almacenados en estos espacios los materiales que, a juicio del Coordinador de Laboratorios, impliquen algún riesgo o requieran de alguna medida de seguridad específica no disponible. El uso de estos estantes y gavetas no podrá exceder de un trimestre, al término del cual deberán desalojarse o, de ser necesario, solicitarse nuevamente en préstamo.

**CAPÍTULO IV.
DE LAS NORMAS DE SEGURIDAD**

ARTÍCULO 17.
En el trabajo de laboratorio es fundamental la seguridad e integridad física de las personas involucradas por ello, no podrán realizarse ninguna práctica actividad experimental si el ejecutante no cuenta con los elementos de protección o indispensables para su desarrollo o no cumple con las disposiciones normativas aplicables; los usuarios deberán contar con la cobertura médica vigente.
El profesor responsable, el Coordinador de Laboratorios o el Coordinador de Estudios, podrán suspender el desarrollo de una práctica cuando a su juicio no se cumpla con las condiciones de seguridad necesarias.

ARTÍCULO 18.
Durante el desarrollo de las actividades experimentales, el uso de la bata de laboratorio será obligatorio para alumnos y profesores.

ARTÍCULO 19.
En los laboratorios de docencia se deberá propiciar y mantener un ambiente de trabajo que garantice el adecuado desarrollo de las actividades experimentales; asimismo, los materiales y equipos deberán ser manejados cuidadosamente, atendiendo las indicaciones del profesor responsable y las instrucciones de los manuales de prácticas e instructivos de operación correspondiente.

ARTÍCULO 20.
Dentro de los laboratorios, los alumnos deberán respetar el uso de las áreas destinadas a la realización de actividades específicas. Los desechos generados no deberán ser vertidos o eliminados sin contar con el visto bueno del profesor responsable y, en caso necesario deberán


Casa abierta al tiempo
UNIVERSIDAD AUTÓNOMA METROPOLITANA

ser confinados adecuadamente para su posterior eliminación conforme a los procedimientos establecidos en el manual de prácticas correspondiente.

ARTÍCULO 21.
Los desechos peligrosos, ya sean químicos radiactivos o biológicos, deberán manejarse y eliminarse de acuerdo con las normas de seguridad aplicables y las recomendaciones de las empresas contratadas por la Universidad para el efecto. Ningún material de desecho deberá permanecer en los laboratorios de docencia; por tanto, al término de la sesión, el profesor responsable deberá entregar los desechos generados debidamente empaquetados y etiquetados al Coordinador de Laboratorios, quien se encargará de su destino.

ARTÍCULO 22.
Durante el desarrollo de las prácticas, las puertas de acceso a los laboratorios deberán permanecer abiertas, las de seguridad, sin cerrojo, y todas ellas sin obstáculos. Del mismo modo, los espacios internos deberán estar siempre libres de objetos que dificulten el libre desplazamiento de los usuarios.

ARTÍCULO 23.
Todos los laboratorios deberán contar con la señalización adecuada para la prevención de riesgos, que incluya la descripción y localización de los equipos e instalaciones de seguridad y resguardo, así como las rutas de evacuación correspondientes. De igual manera se deberá contar con un plan de evacuación y de emergencias colocados en lugares visibles, así como con los números de urgencias necesarios.

ARTÍCULO 24.
Todas las áreas de laboratorio deberán disponer de un extintor de incendios, un botiquín de primeros auxilios y un activador de alarma. Cuando así se requiera, se deberá contar con el equipo e instalaciones de seguridad específicas.

ARTÍCULO 25.
Todo material que se introduzca en los refrigeradores, congeladores desecadores, estufas incubadoras, germinadoras y hornos, deberá estar identificado con una etiqueta en la que se señale su contenido, los datos del responsable, el tiempo de permanencia y los posibles riesgos de su manejo. Los materiales que no cumplan con esta disposición serán retirados por la Coordinación de Laboratorios siguiendo los protocolos para la eliminación de desechos peligrosos.

ARTÍCULO 26.
Cuando un equipo de laboratorio deba de seguir funcionando por algún tiempo sin vigilancia permanente, el profesor responsable lo notificará por escrito a la Coordinación de Laboratorios, y colocará en éste un rótulo, en lugar visible, con su nombre, ubicación y teléfono.

ARTÍCULO 27.
Con el objeto de prevenir accidentes en los laboratorios, deben trabajar en condiciones de seguridad adecuadas y de manejar correctamente los especímenes de laboratorio, equipos, sustancias y materiales, los usuarios deberán observar las indicaciones de los anexos siguientes:

- Manejo de especímenes en el laboratorio (Anexo 1)
- Uso y manejo de materiales de vidrio y equipos de cristalería (Anexo 2)
- Prevención y extinción de incendios (Anexo 3)
- Uso y manejo de equipo eléctrico (Anexo 4)

Imagen 4: Decálogo alumnos.

Casa abierta al tiempo
UNIVERSIDAD AUTÓNOMA METROPOLITANA

- Uso y manejo de sustancias y reactivos químicos (Anexo 5)
- Uso y manejo de equipos emisores de radiación (Anexo 6)
- Uso y manejo de gases comprimidos (Anexo 7)
- Uso y manejo de materiales criogénicos (Anexo 8)
- Uso y manejo de materiales biológicos (Anexo 9)

**CAPÍTULO V
DE LAS OBLIGACIONES DE LOS USUARIOS**

ARTÍCULO 28.
El profesor responsable deberá estar familiarizado con el equipo, los materiales y los reactivos que se utilizan en la práctica de laboratorio; informará a los alumnos acerca de su uso y de las medidas de seguridad que deberán observarse y vigilará el desarrollo de las actividades experimentales.

ARTÍCULO 29.
Los usuarios, al recibir en préstamo los materiales y equipos requeridos para la práctica y antes de usarlos y de firmar el vale respectivo, deberán revisar que se encuentren en buen estado; de no ser así, solicitarán al laboratorista su reposición. Al término de la actividad, todos los artículos obtenidos en préstamo deberán devolverse limpios y en el estado en el que se recibieron.

ARTÍCULO 30.
En caso de ocurrir algún desperfecto en el material o equipo durante la realización de una práctica o experimento, el usuario deberá reportarlo de inmediato al laboratorista y al Coordinador de Laboratorios.

ARTÍCULO 31.
Cualquier falla o anomalía en los servicios de los laboratorios de docencia deberá ser reportada por el profesor responsable, por escrito, al Coordinador correspondiente, en el formato que al efecto se proporcione en dicha coordinación.

ARTÍCULO 32.
Queda estrictamente prohibido fumar y consumir alimentos y bebidas en los laboratorios de docencia, así como realizar cualquier actividad distinta a las indicadas en los programas de estudio.

ARTÍCULO 33.
Para introducir materiales o equipos de laboratorio ajenos a las instalaciones de los laboratorios de docencia, se deberá contar con la autorización del Coordinador respectivo, previa solicitud por escrito.

**CAPÍTULO VI
DE LAS MEDIDAS ADMINISTRATIVAS**

ARTÍCULO 34.
Los materiales y equipos de los laboratorios de docencia concedidos en préstamo que, a consecuencia de un manejo inapropiado, resulten dañados o hayan sido extraviados, deberán ser reparados o reemplazados por el usuario. Todo artículo que amerite ser reemplazado deberá reintegrarse a la Coordinación de Laboratorios junto con la nota de compra o factura correspondiente.

Imagen 5: Decálogo profesores.

Casa abierta al tiempo
UNIVERSIDAD AUTÓNOMA METROPOLITANA

ARTÍCULO 35.
Los plazos de atención para la reparación o reposición referida en el artículo anterior, al igual que las medidas administrativas aplicables por su incumplimiento, variarán en función del usuario involucrado de la siguiente manera:

- Tratándose de los alumnos de la UAM; a más tardar en la última semana del trimestre lectivo. En tanto no se cubra este adeudo no se podrá disponer de otros préstamos.
- En el caso del personal académico de la Universidad; en un plazo no mayor al consignado en el vale de préstamo respectivo. El incumplimiento de esta disposición motivará la suspensión del servicio.
- En el caso de alumnos y profesores de otras instituciones; en un período no mayor a 30 días naturales contados a partir del incidente en el laboratorio, o de 15 días hábiles a partir de la fecha del vencimiento del préstamo. De no ser así, se procederá de inmediato a la cancelación del servicio.

ARTÍCULO 36.
Cuando por alguna razón no sea posible la reposición del equipo o los materiales originales, el Coordinador de Laboratorios indicará al usuario responsable la adquisición de un artículo equivalente, mismo que deberá entregar acompañado por la nota de compra o factura correspondiente.

ARTÍCULO 37.
El incumplimiento de las disposiciones establecidas en el presente Instructivo será resuelto y, en su caso, sancionado conforme a los reglamentos y normas aplicables vigentes.

ARTÍCULO 38.
Toda situación no prevista en el presente Instructivo será resuelta por el Coordinador de Laboratorios de Docencia y, en su caso, por el Director de División o Secretario Académico correspondiente.

TRANSITORIO ÚNICO
Las modificaciones al presente Instructivo entraran en vigor al día siguiente de su publicación en el Boletín Informativo de la Unidad Iztapalapa (Cemanáhuac).

Imagen 4: Decálogo alumnos.

Casa abierta al tiempo
UNIVERSIDAD AUTÓNOMA METROPOLITANA
UNIDAD IZTAPALAPA

ESTIMADO ALUMNO
CON BASE EN EL INSTRUCTIVO DE LABORATORIOS DE DOCENCIA
SE TE RECUERDA

- 1.- Utilizar bata para entrar y permanecer en las áreas de laboratorios de docencia. Además de los implementos de seguridad que el profesor establezca (Artículo 21).
- 2.- Guardar orden y limpieza en el laboratorio durante los experimentos y al retirarte (Artículos 11, 16 y 30).
- 3.- Abstenerse de tirar al drenaje los productos de desecho del trabajo experimental realizado (Artículo 14).
- 4.- Abstenerse de fumar e ingerir alimentos y bebidas, en las áreas de laboratorios (Artículo 12).
- 5.- Informar de inmediato, al Coordinador de Laboratorios de Docencia (S-031) y al profesor, anomalías en materiales equipo, instalaciones o servicios (Artículos 10 y 20).
6. Que, para el uso de desecadores, gavetas, incubadoras, estufas, refrigeradores y congelador, que se requieran en los experimentos, lo solicites al Coordinador de Laboratorios de Docencia (S-031) (Artículos 18 y 28).
- 7.- Rotular con nombre, domicilio y teléfono, el equipo que requiera permanecer operando en ausencia del profesor y alumnos (Artículo 29).
- 8.- Revisar cuidadosamente los Materiales y Equipo proporcionados por los Laboratoristas.
- 9.- Evitar tachaduras, enmendaduras o cualquier otra modificación en tus vales de materiales y equipo (Artículo 16).
- 10.- Prevenir Accidentes en el Laboratorio tomando en cuenta los documentos anexos 1-9 del instructivo de laboratorios (Artículos 30 al 39).

Imagen 5: Decálogo profesores.

Casa abierta al tiempo
UNIVERSIDAD AUTÓNOMA METROPOLITANA
UNIDAD IZTAPALAPA

ESTIMADO PROFESOR
CON BASE EN EL INSTRUCTIVO DE LABORATORIOS DE DOCENCIA
SE TE RECUERDA

- 1.- Entregar al Coordinador de Laboratorios de Docencia (S-031). El manual de prácticas o los requerimientos calendarizados, antes de comenzar el trimestre (Artículo 4).
- 2.- Utilizar Bata para entrar y permanecer en las áreas de Laboratorios de Docencia, además de los Implementos de Seguridad que el experimento requiera (Artículo 21).
- 3.- Verificar el buen uso de los materiales y equipo (Artículo 8). Preservando el orden y limpieza de los laboratorios durante y al término de experimentos (Artículos 11, 16 y 30).
- 4.- Abstenerse de Fumar e Ingerir Alimentos y Bebidas, en las áreas de Laboratorios (Artículo 12).
- 5.- Informar de Inmediato, al Coordinador de Laboratorios de Docencia (S-031), Anomalías en Materiales, Equipos, Instalaciones o Servicios (Artículos 10 y 20).
- 6.- Que, para usar los Desecadores, Gavetas, Incubadoras, Estufas, Refrigeradores, y Congelador, lo Solicites al Coordinador de Laboratorios de Docencia (Artículo 18 y 29).
- 7.- Rotular con Nombre, Domicilio y Teléfono, el Equipo que requiera permanecer operando en ausencia del Profesor y Alumnos (Artículo 29).
- 8.- Que, el Profesor entregue al Coordinador de Laboratorios de Docencia (S-031), un Manifiesto de Inexistencia de Riesgo para alumnos, equipo e instalaciones, cuando los alumnos requieran trabajar en su ausencia.
- 9.- Orientar al alumnado para Desechar Correctamente los productos de trabajo experimental (Artículos 4 y 14).
- 10.- para el préstamo de material y equipo fuera de las áreas de laboratorio de docencia solicitar al Coordinador de Laboratorios de Docencia (S-031) con debida anticipación (Artículos 15 y 17).

M. en C. Jorge Armando Haro Castellanos

Imagen 6: Decálogo para los laboratoristas



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA METROPOLITANA
UNIDAD IZTAPALAPA

ESTIMADO LABORATORISTA

CON BASE EN EL INSTRUCTIVO DE LABORATORIOS DE DOCENCIA

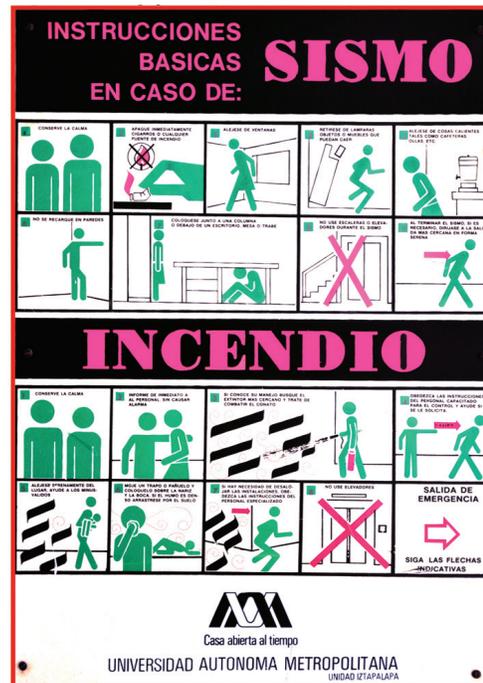
SE RECUERDA

- 1.- Utilizar Bata para entrar y permanecer en las áreas de Laboratorios de Docencia, además de los implementos de seguridad que se requieran en cada operación (Artículo 21).
- 2.- Permanecer en el Área de Laboratorios durante el horario establecido (Artículo 9).
- 3.- Informar de inmediato, al Coordinador de Laboratorios de Docencia (S-031) y al Profesor, Anomalías en Materiales, Equipo, Instalaciones o Servicios (Artículos 10 y 20).
- 4.- Abstenerse de Fumar e Ingerir Alimentos y Bebidas, en las Áreas de Laboratorios (Artículo 12).
- 5.- Que, el Préstamo de Materiales y Equipo Fuera de las Áreas de Laboratorios, esté autorizado por el Coordinador de Laboratorios de Docencia (S-031) (Artículos 15 y 17).
- 6.- Evitar Tachaduras, Enmendaduras o cualquier otra Modificación en los Vales de Materiales y Equipo (Artículo 16).
- 7.- Mantener las Puertas de acceso Abiertas en el horario hábil y las de emergencia sin candado y libres de obstáculos (Artículo 23).
- 8.- Preservar el Orden y Limpieza de los Laboratorios, así como el espacio de interlaboratorios (Artículos 11, 12, 16 y 30).
- 9.- Proporcionar a Docentes y Alumnos los Materiales y Equipo en buen estado, requeridos para los experimentos mediante un Vale y Credencial Vigente (Artículo 16).
- 10.- Contribuir para la Prevención de Accidentes en el Laboratorio tomando en cuenta los documentos anexos 1-9 del instructivo de Laboratorios (Artículos 16 y 30 al 39).

M. en C. Jorge Armando Haro Castellanos
COORDINACIÓN DE LABORATORIOS DE DOCENCIA, CBS, UNIDAD IZTAPALAPA
Av. San Rafael Atlixco 186, Col. Vicentina, 09340 México, D. F., Tel: 58 04 48 29 y Fax: 58 04 46 83

La oficina de Protección Civil de la UAM-Iztapalapa ha distribuido ampliamente en la Unidad incluyendo las áreas de laboratorios de docencia, los instructivos básicos en caso de sismos (Imagen 7), con el propósito de tomar conciencia de las medidas inmediatas antes tal eventualidad.

Imagen 7: Instrucciones en caso de sismo.



A-3. Recomendaciones para preservar la seguridad.

En atención a las eventualidades en las que se pone en riesgo las pertenencias de los alumnos, así como los materiales y equipos que tienen en préstamo, se les recomienda, (Imagen 8) las precauciones para evitar pérdidas personales en cada una de las áreas de laboratorios de docencia.

Imagen 8: Recomendación para la prevención de pérdidas.



B. Recursos para la atención de accidentes.

B-1. *Primeros auxilios.*

La ubicación de los recursos para primeros auxilios se indica por medio de señalamientos (Imagen 12) y los botiquines se encuentran en lugares visibles dentro de las áreas de laboratorios (Imagen 13).

Imagen 12: Primeros auxilios.

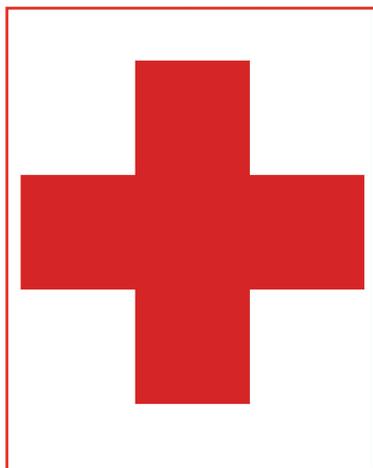
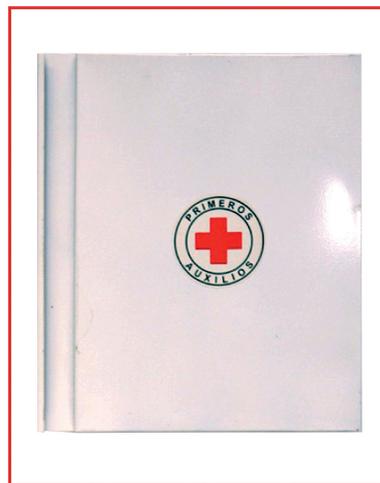


Imagen 13: Botiquín.



B-2. *Regaderas.*

En cada área de laboratorios existe una regadera (Imagen 14) para atender cualquier accidente por derrame o salpicado en el cuerpo, de reactivos peligrosos que puedan eliminarse con agua.

B-3. *Extintores.*

Todas las áreas de laboratorios cuentan extintores (Imagen 15) para auxiliar el surgimiento de incendios, los cuales se ubican en lugares visibles y estratégicos para contender con eventualidades de la presencia de fuego a controlar con sus respectivos señalamientos.

Imagen 14: Regaderas.



Imagen 15: Extintores.



B-4. Puertas de emergencia.

En cada área de laboratorios de docencia, existen cuando menos dos puertas de emergencia, en las que se indica que "no son puertas de paso", ya que son solo para emergencias (Imágenes 16 y 17).

Imagen 16: Puerta de emergencia.



Imagen 17: Puertas de emergencia.



B-5. Rutas de evacuación.

Los señalamientos de rutas de evacuación se encuentran no solo en las áreas de laboratorios, sino también en todo el edificio en el que se ubica cada una de las áreas de laboratorios (Imagen 18).

Imagen 18: Ruta de evacuación.



B-6. Teléfonos de emergencia.

Como se muestra en la (imagen 19), existe información acerca de los teléfonos de emergencia en cada área: servicios médicos, urgencias médicas, servicios auxiliares y casetas de vigilancia.

Telefonos de Emergencia de la Unidad Iztapalapa

En casos de ocurrir una emergencia tal como cortes, abrasiones quemaduras o ingestión accidental de algún producto químico, tóxico o peligroso, se deberá dar aviso inmediato al docente y comunicarse a alguno de los teléfonos del cuadro siguiente:

Imagen 19: Teléfonos de emergencia.



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA METROPOLITANA

UNIDAD IZTAPALAPA

NÚMEROS DE EMERGENCIA (INTERNOS)

S. S. A. (VIGILANCIA) : 58044894 / 4895

PROTECCIÓN CIVIL UAM-I : 58046546

COSIB : 58042543 /2559

SERVICIO MÉDICO : 58044884

SECRETARÍA DE LA UNIDAD : 58044805 / 4806 / 4807

NÚMEROS DE EMERGENCIA (EXTERNOS)

EMERGENCIA EN GENERAL : 066

CRUZ ROJA :065

H. CUERPO DE BOMBEROS : 068

CENTRAL IZTAPALAPA : 56121080

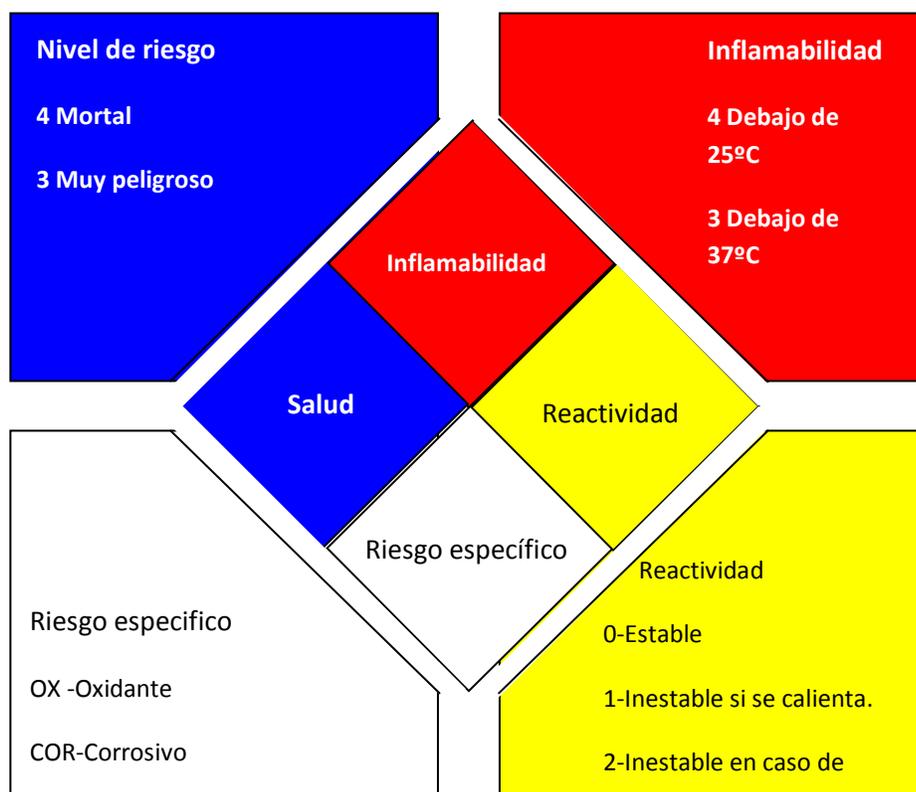
Simbología para denotar los riesgos de los reactivos químicos

Tanto en laboratorios de instituciones educativas como en las empresas donde se manejan sustancias químicas, existen diversos sistemas convencionales para dar a conocer mediante colores y símbolos los riesgos de las sustancias químicas, los más usuales son:

- Números de riesgo de la Organización de Naciones Unidas (ONU)
- Diamante de la National Fire Protection Association (NFPA).
- Sistema del Departamento de Transporte de los Estados Unidos (DOT).
- Códigos de riesgo de empresas fabricantes de reactivos químicos, como Merck y Baker.

De los sistemas anteriores el más común es el de NFPA cuyo símbolo es un rombo (imagen 20) que representa visualmente la información sobre tres categorías de riesgo: salud, inflamabilidad y reactividad; identificadas y clasificadas en una escala del 0 al 4, dependiendo del grado de peligro que presenten. Adicionalmente, señala riesgos específicos como poder oxidante, corrosividad, si se trata de un compuesto radiactivo, su reactividad con el agua y si tiene carácter ácido, básico o neutro.

Imagen 20. Símbolo en forma de rombo o diamante de la National Fire Protection Association (NFPA).



En cuanto a los símbolos de riesgo empleados por las empresas fabricantes de reactivos químicos, algunos se encuentran ejemplificados en la imagen 21.

La imagen 22, muestra donde podemos observar algunos símbolos de riesgo empleados en laboratorios e industrias.

Imagen 21. Algunos símbolos de riesgo empleados por las compañías fabricantes de reactivos químicos.

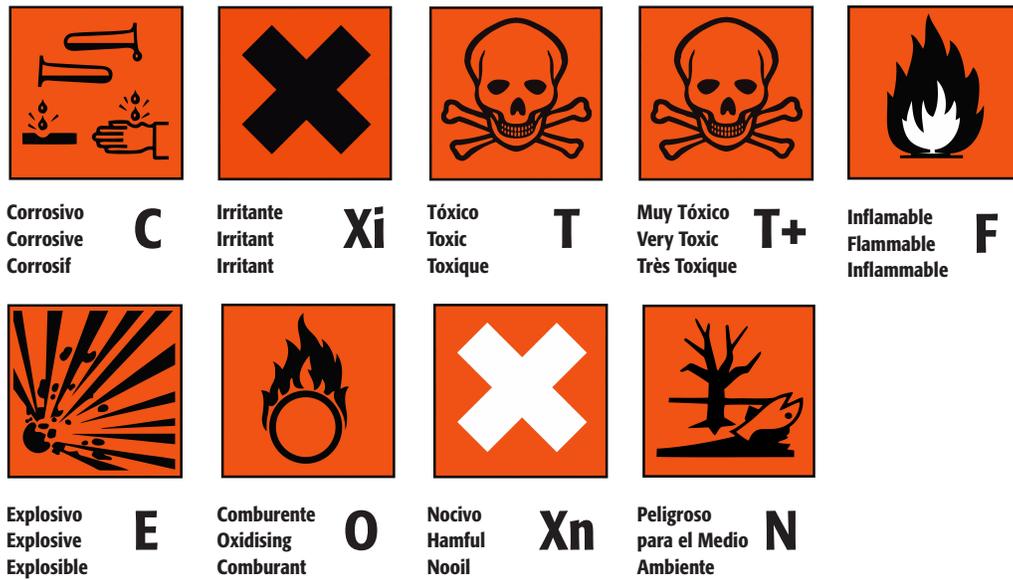


Imagen 22. Otros símbolos de riesgo empleados en laboratorios, plantas piloto e industrias.



Finalmente es importante también conocer o familiarizarse con el código de colores que se emplean de forma general en algunas normas tanto institucional como en el sector industrial.

Código de colores para tuberías de servicios en los laboratorios de docencia e investigación.

Tuberías de	color
Agua	Azul
Gas	Amarillo
Aire	Verde
Electricidad	Rojo

Bibliografía

Instructivo del Funcionamiento Interno y Operativo para Regular el Uso de los Servicios e Instalaciones de los Laboratorios de Docencia, UAM-Iztapalapa, Consejo Académico, sesión 314. 9 de noviembre del 2009. México.

Delfín A. I., Chino V. S. 1997. Seguridad en Laboratorios, UNAM, FES-Iztacala, México.

Guía norteamericana de respuesta en caso de emergencia, Secretaría de Comunicaciones y Transportes, ANIQ 1996.

Tema 2

Preparación de soluciones (Kit de reactivos)

Objetivo

Preparar las soluciones que se utilizarán en cada una de las prácticas del laboratorio de Análisis Funcional Orgánico. El alumno primero deberá realizar los cálculos para preparar soluciones a una determinada concentración y después deberá preparar las distintas soluciones normales, molares y porcentuales que el profesor le asigne a cada equipo.

Introducción

Las soluciones se componen de un soluto y un disolvente. Por lo general, el disolvente se refiere al componente cuyo estado físico no cambia cuando se forma una solución. También se le conoce como componente continuo dispersor, es el componente que se encuentra en mayor cantidad. Todos los demás componentes, que se disuelven en el disolvente, se llaman solutos, se acostumbra denominarlos componentes dispersos o discontinuos. Al proceso de formación de una solución, o sea a la dispersión de un soluto en un disolvente se le llama disolución o simplemente solución.

En el laboratorio de Análisis Funcional Orgánico se ocupan principalmente soluciones porcentuales: a) peso en volumen (% p/v) que se define como gramos de soluto aforados a 100 mL de solución; el agua es el disolvente más común y b) volumen en volumen (%v/v) que es el número de mL de soluto aforados a 100 mL de solución por lo tanto el volumen total es de 100 mL.

Materiales	Reactivos
3 Vasos de precipitados de 500 ml	Se enlistan en la tabla
3 Pipetas graduadas de 10 ml	
2 Propipetas	Alumnos (material para todo el curso)
1 Piceta con agua destilada	Tijeras
1 Embudo de vidrio de talle corto	Franela
1 Agitador de vidrio	Cinta adhesiva
1 Parilla eléctrica	Plumón indeleble
2 Agitadores magnéticos	Detergente líquido
2 Probetas de 50 ml	Esponja para lavar o fibra
1 Palangana	
1 Lentes protectores por alumno	
1 Vaso de precipitados de 100 ml	
1 Espátula	

Reactivos que debe conter cada kit

No	Solución y porcentaje	Volumen
1.	HCl 5.0 % (v/v)	(500mL)
2.	HCl 10.0 % (v/v)	(500mL)
3.	HCl 20.0 % (v/v)	(500mL)
4.	H ₂ SO ₄ 5.0 % (v/v)	(250mL)
5.	H ₂ SO ₄ 10.0 % (v/v)	(250mL)
6.	H ₂ SO ₄ 20.0 % (v/v)	(250mL)
7.	H ₂ SO ₄ 30.0 % (v/v)	(250mL)
8.	H ₂ SO ₄ concentrado	(25 mL)
9.	KMnO ₄ 5.0 % (p/v)	(100mL)
10.	CH ₃ COOH 5.0 % (v/v)	(100mL)
11.	AgNO ₃ 5.0 % (p/v)	(100mL)
12.	NH ₄ OH 2.0 % (v/v)	(100mL)
13.	HNO ₃ 5.0 % (v/v)	(100mL)
14.	NaOH 5.0 % (p/v)	(500mL)
15.	NaOH 10.0 % (p/v)	(500mL)
16.	NaOH 20.0 % (p/v)	(500mL)
17.	NaOH 30.0 % (p/v)	(500mL)
18.	FeCl ₃ 1.0 % (p/v)	(250mL)
19.	Fe ₂ SO ₄ NH ₄ 5.0 % (p/v) fresco	(100mL)
20.	NaHSO ₃ 5.0 % (p/v)	(300mL)
21.	NaHSO ₃ 10.0 % (p/v)	(300mL)
22.	NaHSO ₃ 20.0 % (p/v)	(300mL)
23.	NaHCO ₃ 5.0 % (p/v)	(300mL)
24.	NaHCO ₃ 10.0 % (p/v)	(300mL)
25.	(CH ₃ COO) ₂ Pb 5.0% (p/v)	(100mL)
26.	KF 30.0 % (p/v)	(100mL)

Reactivos preparados por el profesor

Reactivo de Benedict	(Pagina 94)
Reactivo de Bisulfito de sodio modificado	(Pagina 57)
Reactivo de Bisulfito de sodio	(Pagina 87)
Reactivo de Clorhidrato de hidroxilamina	(Pagina 70)
Reactivo de 2,4-Dinitrofenilhidrazina	(Pagina 87)
Reactivo de Fehling	(Pagina 90)
Reactivo de Hidroxido de potasio en alcohol	(Pagina 91)
Reactivo de Jones	(Pagina 58)
Reactivo de Lucas	(Pagina 76)
Reactivo de Nitrato de Cerio y Amonio	(Pagina 77)
Reactivo de Schiff	(Pagina 82)
Reactivo de Sulfato Ferroso	(Pagina 91)
Reactivo de Tollens	(Pagina 84)
Reactivo de Yoduro sodio	(Pagina 83)
Reactivo de Yodo	(Pagina 85)
Reactivo de Yodo Yoduro de Potasio	(Pagina 86)

Metodología

Etapa 1. Limpieza y preparación de los frascos goteros

1. Cada caja (kit de reactivos) contiene goteros con las soluciones que se enlistan en la tabla de la hoja anterior. Los equipos deberán escoger exclusivamente los frascos con etiquetas de las soluciones que les fueron asignadas por el profesor.
2. Desechar la solución de los frascos goteros. Para ello será destinado un frasco de desechos orgánicos y otro de desechos inorgánicos. **Pregunte a su profesor si las soluciones diluidas al 5.0% de ácido y de base, poden ser desechadas en la tarja, bajo chorro de agua.**
3. Lavar, enjuagar y secar perfectamente los frascos, así como los goteros. Si existen perillas (gomas de succión) en mal estado informar al profesor.

Etapa 2. Preparación de las soluciones porcentuales

4. Efectuar los cálculos necesarios para obtener las disoluciones al porcentaje indicado. Efectúa este cálculo en tu bitácora y no se te olvide el volumen a preparar que puede variar en cada solución.
5. Todos los reactivos líquidos se deben medir y agregar dentro de la campana de extracción de vapores y no sacarlos a las mesas de trabajo por ningún motivo; con esta medida se tratará de evitar algún accidente. Se debe medir un volumen de agua en un vaso de precipitados y agregar lentamente el reactivo líquido por las paredes del vaso, esperando a que se equilibre la solución. Los reactivos sólidos se deben pesar en un vaso de precipitados de 100 mL, limpiar la balanza y disolverlos por agitación en un volumen de agua. Evita que se derramen reactivos tanto líquidos como sólidos y si esto sucede limpia el sitio con tu franela.
6. Deposita en cada frasco gotero la misma cantidad en volumen y evita sobre pasar $\frac{3}{4}$ partes del frasco, con ello evitaras que se dañe la perilla. El sobrante depositalo en un frasco que te dará el profesor.

Etapa 3. Preparación del kit de frascos goteros por equipo

- Etiqueta perfectamente, con letra clara y marcador permanente en cinta adhesiva, el nombre del compuesto y porcentaje de la solución.
- Una vez terminado coloca un frasco gotero con la solución recién preparada en cada caja (kit). Cada equipo tendrá una caja o kit de trabajo con un frasco gotero de cada solución para sumar 26 frascos goteros.

NOTA.

Durante todas las prácticas y por seguridad

Recordar que durante todo el proceso práctico se deberá **usar bata cerrada con botonadura completa y lentes protectores**. En ninguna de las sesiones del laboratorio se permitirá el uso de sandalias, ni tenis de tela. Se deberá traer el material recomendado como es franela, tijeras, cinta adhesiva, plumón permanente de punto fino y jabón líquido. Queda estrictamente prohibida la entrada si no se cumplen estos requisitos, esto aplica a personas ajenas al laboratorio, y también el uso de celulares salvo para tomar fotos.

Cada alumno debe llevar una bitácora de control, donde deberás tener anotado previamente los cálculos de cómo preparar las soluciones y demás requisitos que se te indiquen para evitar contratiempos.

Al terminar todas las prácticas

El lugar y el material de trabajo debe quedar limpio y ordenado, también se deben apagar y desenchufar los aparatos entregar el materia lo más seco posible.

Lavarse las manos perfectamente para evitar intoxicaciones con algunos reactivos.

Limpiar la tarja y ordenar los bancos como se indique.



Imagen 23: Kit con frascos goteros de diferentes reactivos de uso continuo.

Bibliografía

Carey, Francis A. **1999**. Química Orgánica. Mc Graw Hill, España, p.p. 556-559.

David C. Eaton. **1989**. Laboratory. investigation in organic chemistry. McGraw-Hill, Inc. New York, p.p. 709-798.

Fessenden, Ralph J. **1983**. Química Orgánica. Ed. Iberoamericana. México, p.p. 263-265.

Fritz, Feigl. Vinzenz Anger. **1978**. Pruebas a la gota en análisis orgánico. Editorial el Manual Moderno, S. A, p.p. 156-414.

Kenneth L. Williamsom. **1999**. Macroscale and microscale organic experiment. Third Edition. Houghton Mifflin Company Bosto New York, p.p. 742-778.

Shriner, R, L. Reynold C. Fuson y David Y. Curtin. **2008**. Identificación sistemática de compuestos orgánicos, Editorial Limusa, Noriega Editores, México, D. F, p.p. 123-193.

Voguel. A. I. **1962**. A. Textbook of Practical Organic Chemistry. Third Edition Longmans. London

Tema 3

Análisis cualitativo elemental: “método de lassaigne o fusión alcalina”

Objetivo

Identificar a través de reacciones específicas los elementos adicionales (nitrógeno, azufre y halógenos) al carbono, hidrógeno y oxígeno que forman parte de la estructura molecular de los compuestos orgánicos por medio del análisis cualitativo elemental conocido como el método de Lassaigne o fusión alcalina.

Introducción

La identificación de los elementos que ordinariamente se encuentran junto a carbono, hidrógeno y oxígeno (nitrógeno, azufre, flúor, cloro, bromo y yodo), se basa en su conversión a compuestos iónicos solubles en agua y en la identificación de estos mediante pruebas específicas.

Prueba de Lassaigne

Uno de los métodos para la conversión a sales iónicas de un compuesto orgánico es la fusión alcalina en presencia de sodio metálico. Las pruebas con sodio metálico son seguras cuando se toman las precauciones necesarias por tal motivo la fusión alcalina es una prueba viable, sencilla y didáctica para los alumnos de licenciatura.

La identificación de un elemento (por ejemplo nitrógeno, azufre, halógenos) que se puede encontrar en una molécula orgánica, se puede realizar aplicando previamente al compuesto orgánico la reacción de fusión con sodio para formar sales, que son iónicas y solubles en agua y que pueden reaccionar con reactivos específicos. Una vez realizada y formada la sal de sodio, se realizan pruebas químicas sencillas ya sea **coloreadas** o formando **precipitados**, que revelarán la presencia de nitrógeno, azufre o halógenos. En algunos casos, la coloración o precipitado puede variar por errores humanos al manipular los reactivos, tal es el caso de añadir un exceso o la carencia del compuesto problema o de los reactivos, o bien puede ser por una mala fusión con el sodio etc.

NOTA

Importante tener mucho cuidado en el manejo del sodio metálico debido a que es **explosivo** con rastros de agua. (Manéjese en trozos pequeños (menos de 0.5 cm²) y en condiciones secas o anhidras.

	Materiales	Reactivos
4	Vasos de precipitados de 100 mL	Etanol
2	Pipetas graduadas de 2 mL	Clorobenceno
10	Tubos de ensaye pequeños	Detergente comercial
1	Gradilla	Nitrobenceno
1	Pinza para tubo de ensaye	Sacarosa
1	Pro pipeta	
3	Pipetas Pasteur con perilla	Alumnos
1	Mechero Bunsen	Franela
1	Piceta con agua destilada	Cinta adhesiva
1	Embudo de vidrio de talle corto	Tijeras
1	Agitador de vidrio	Plumón indeleble
	Lentes de seguridad (1 por alumno)	
	Papel pH	

Metodología

Etapa 1. Reacción con sodio metálico

La fusión alcalina, se realiza en dos etapas:

Etapa 1.1 Con las pinzas sostener un tubo de ensaye **limpio y seco** y con cuidado agregar y mezclar aproximadamente 5 mg o mL de un **compuesto problema** con un peso similar de sacarosa. Introducir cuidadosamente un trozo pequeño de sodio metálico (0.4 x 0.4 cm). Acercar la parte inferior del tubo a la flama reductora (azul) y calentar con mechero con precaución, hasta que el sodio se funda y sus vapores empiecen a elevarse dentro del tubo y entonces el fondo del tubo se lleva hasta el rojo vivo sobre la llama del mechero. El tubo se deja enfriar. Se añade posteriormente 1 mL de etanol para eliminar el sodio que no hubiera reaccionado, se forma etóxido de sodio.

Etapa 1.2 El tubo se calienta por segunda vez hasta el rojo vivo y se introduce verticalmente dentro de un vaso de precipitados de 50 mL que contenga 20 mL de agua destilada. La parte inferior del tubo se rompe con una varilla de vidrio (la parte superior se desecha en un contenedor para residuos de vidrio), la solución resultante se calienta hasta ebullición; inmediatamente se filtra por gravedad con un embudo de filtración con papel filtro, el filtrado obtenido es la "**solución madre**" que debe ser cristalina e incolora. Con esta solución madre se efectuarán las **pruebas de identificación** de los elementos nitrógeno, azufre y halógenos en tubos de ensaye.

Etapa 2. Pruebas de Identificación

Etapa 2.1 Nitrógeno: En un tubo de ensaye se deposita 1 mL de la solución madre, la cual se ajusta a pH de 13 con una solución de hidróxido de sodio al 5.0% controlando el viraje con papel tornasol. Posteriormente, se añaden dos gotas de una solución saturada de sulfato ferroso amoniacal, seguida de una solución de fluoruro de potasio al 30% (p/v), la solución resultante se calienta suave y cuidadosamente hasta a ebullición por 30 segundos. La solución caliente se acidula, añadiéndole gota a gota ácido

sulfúrico al 30% (v/v), justo hasta que se disuelva el hidróxido de hierro. El exceso de ácido puede ser perjudicial. La aparición del precipitado característico de azul de Prusia indica la presencia de nitrógeno. Si no apareciera el color, agregar gotas de cloruro férrico para provocar la aparición del color.

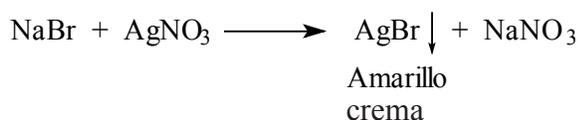
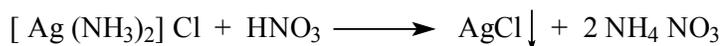
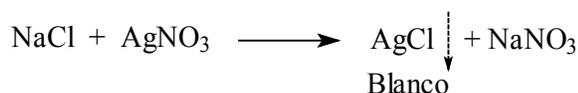


Etapa 2.2 Azufre: En un tubo de ensaye se deposita de 1 a 2 mL de la solución madre, la cual se ajusta a pH ácido de 5 con ácido acético al 5.0%, controlando el viraje con papel tornasol. Posteriormente se añaden 2 gotas de solución de acetato de plomo al 5.0%. Si en el compuesto problema contiene azufre se formará un precipitado negro de sulfuro de plomo.



Otra opción es colocar en un tubo de ensaye 1 mL de la solución madre, se le añade dos o tres cristales de nitroprusiato de sodio (nitroferrocianuro de sodio), se agita y se deja reposar. Una intensa coloración violeta rojiza indica la presencia de azufre en el compuesto problema.

Etapa 2.3 Halógenos: En un tubo de ensaye limpio y seco se colocan 2 mL de la solución madre, la cual se ajusta a pH ácido de 5 con ácido nítrico al 5.0% controlando el viraje con papel tornasol. Se hierven suave y cuidadosamente durante uno o dos minutos para expulsar lo que hubiera de ácido cianhídrico o ácido sulfhídrico. Se añaden tres gotas de solución de nitrato de plata al 5.0%. Un precipitado denso indica la presencia de cloro, bromo o yodo. El cloruro de plata es blanco (que por acción de la luz o el calor toma un color violeta oscuro). Este precipitado es soluble en hidróxido de amonio concentrado y vuelve a precipitar si se agrega ácido nítrico al 5.0%.



El bromuro de plata es amarillo crema, es parcialmente soluble en hidróxido de amonio concentrado.

El yoduro de plata es amarillo, que es insoluble en hidróxido de amonio concentrado.



NOTA.

Si se produce una débil turbiedad u opalescencia, es probable que se deba a la presencia de impurezas en los reactivos o en el vidrio del tubo de ensaye usado en la descomposición inicial con sodio.

Reporte de resultados

En la bitácora anota las observaciones pertinentes, tal como el vire de color, formación o presencia de precipitado. Realiza un cuadro comparativo y anota si las pruebas son positivas o negativas para la presencia de nitrógeno, azufre o halógenos. Finalmente, tomando en cuenta todos los datos experimentales, anota las conclusiones obtenidas para el compuesto problema.

Bibliografía

- Carey, Francis A. **1999**. Química Orgánica. Química Orgánica. Mc Graw Hill. España p.p.377-379.
- David C. Eaton. **1989**. Laboratory. investigation in organic chemistry. McGraw-Hill, Inc. New York, p.p. 709-798.
- Fessenden, Ralph J. **1983**. Química Orgánica. Ed. Iberoamericana. México, p.p. 263-265.
- Fritz, Feigl. Vinzenz Anger. **1978**. Pruebas a la gota en análisis orgánico. Editorial el Manual Moderno, S. A, p.p. 156-414.
- Kenneth L. Williamsom. **1999**. Macroscale and microscale organic experiment. Third Edition. Houghton Mifflin Company Bosto New York, p.p. 742-778.
- Shriner, R. L. Reynold C. Fuson y David Y. Curtin. **2008**. Identificación sistemática de compuestos orgánicos, Editorial Limusa, Noriega Editores, México, D. F, p.p. 123-193.
- García Sanchez, M. A.; **2002**, Manual de prácticas de química orgánica I. Universidad Autónoma Metropolitana, México.
- Polleros, R. Daniel. **2000**. Experimental Organic Chemistry, John Wiley & Sons, Inc., USA.
- Spencer, L. Seager y Michael R. Slabaugh. **2004**. Chemistry for Today: general, organic, and biochemistry. Thomson Brooks/Cole. USA.

Tema 4

Clasificación de compuestos orgánicos por su solubilidad

Objetivo

Obtener información de una sustancia desconocida por medio del desarrollo de pruebas de solubilidad.

Introducción

Se puede obtener información acerca de la naturaleza química de un compuesto orgánico desconocido por medio de la determinación del comportamiento de su solubilidad en agua y en soluciones de ácidos y bases (NaOH 5.0%, NaHCO₃ 5.0%, HCl 5.0% y H₂SO₄ concentrado frío).

La solubilidad en agua puede dar información acerca de la presencia de un grupo funcional polar. Por ejemplo, si la sustancia desconocida es insoluble en agua puede indicar que se trata de un hidrocarburo pero si la sustancia desconocida es parcialmente soluble en agua indica que un grupo funcional polar está presente. Otra prueba para una sustancia desconocida insoluble en agua es que sea soluble en NaOH 5.0% lo que puede indicar que tiene un grupo funcional ácido y que probablemente sea un ácido carboxílico.

En series homólogas de compuestos, los miembros con menos de cinco carbonos son solubles en agua mientras que los miembros con más de cinco átomos de carbono baja la solubilidad o se vuelven insolubles. Por ejemplo un compuesto polar (ácido carboxílico) de cadena corta es soluble en agua pero un ácido graso de cadena larga es insoluble en agua. Es importante considerar que en series homólogas de compuestos, la ramificación de la cadena y la posición de los grupos funcionales hacia el centro de la molécula incrementa la solubilidad. En conclusión, el análisis de la solubilidad en los compuestos orgánicos dará información fundamental con relación al tipo de compuesto que está bajo estudio y por ende de los grupos funcionales presentes en la molécula.

La metodología para llevar a cabo la determinación de las pruebas de solubilidad consiste en mezclar un disolvente con una cantidad equivalente al 3.0% en peso de la sustancia problema; si el compuesto se disuelve, entonces se le considera como "soluble", pero si lo hace parcialmente o no se disuelve entonces se le considera como "insoluble" en ese medio. Excepto para el caso del ácido sulfúrico concentrado que puede reaccionar con el compuesto o incluso destruirlo, en este caso se considerará como "soluble", aún cuando solo se manifieste una elevación de la temperatura. Solo se considerará como insoluble en ácido sulfúrico concentrado a aquel compuesto que claramente permanezca sin cambio alguno y forme dos fases no miscibles con este ácido.

Los reactivos y soluciones que se emplean en forma rutinaria para realizar las pruebas de solubilidad son: éter etílico, agua, soluciones acuosas al 5.0% de hidróxido de sodio, ácido clorhídrico, bicarbonato de sodio y ácido sulfúrico concentrado. Otros reactivos y soluciones que también se pueden usar son: ácido clorhídrico 2 N o al 10% (v/v), ácido fosfórico al 85.0% (v/v), ácido sulfúrico fumante (óleum) al 15.0% (v/v) y bisulfito de sodio al 20%.

Solubilidad en agua. Se considera que una sustancia es soluble en agua cuando por lo menos se disuelve en una relación de 3 g por 100 mL de disolvente. Se puede determinar el pH de una solución acuosa de los compuestos orgánicos soluble en agua, para conocer su comportamiento como:

1. **Compuestos ácidos**, forman soluciones que viran al rojo el papel de tornasol.
2. **Compuestos básicos**, soluciones que viran a azul el papel tornasol
3. **Compuestos neutros, ácidos y bases débiles**, que no hacen virar el papel tornasol.

Solubilidad en soluciones básicas. Los ácidos orgánicos débiles se conocen por su solubilidad en hidróxido de sodio al 5.0% (p/v) y en bicarbonato de sodio al 5.0% (p/v). Los ácidos orgánicos muy débiles solo son solubles en hidróxido de sodio al 5.0% (p/v).

Solubilidad en soluciones ácidas. Los compuestos orgánicos que se comportan como bases en solución acuosa, se identifican por su solubilidad en ácido clorhídrico al 5.0% (v/v). En general no se hace ningún intento para diferenciar entre bases fuertes y débiles. Muchos compuestos que son neutros aún en soluciones acuosas fuertemente ácidas, se comportan como bases en disolventes más ácidos, tales como el ácido sulfúrico concentrado.

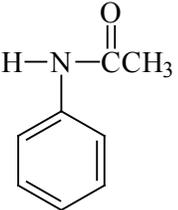
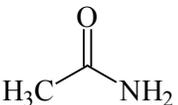
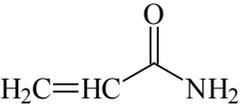
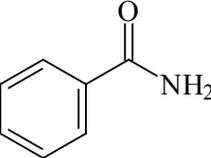
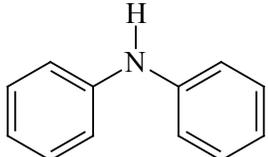
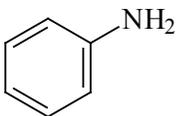
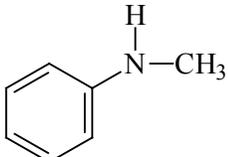
MATERIALES		Lentes protectores (1 por alumno)
3	Vasos de precipitados de 100 mL	Papel pH
3	Pipetas graduadas de 5 mL	REACTIVOS
20	Tubos de ensaye medianos	NaOH al 5.0%(p/v)
10	Tubos de ensaye grandes	H ₂ SO ₄ al 5.0% (v/v)
1	Gradilla	NaHCO ₃ al 5.0% (p/v)
2	Pinza para tubo de ensaye	HCl al 5.0% (v/v)
1	Pro pipeta	
15	Pipetas Pasteur con perilla	ALUMNOS
1	Piceta con agua destilada	Tijeras
1	Embudo de vidrio de talle corto	Franela
1	Agitador de vidrio	Cinta adhesiva
2	Microespátulas	Plumón Indeleble

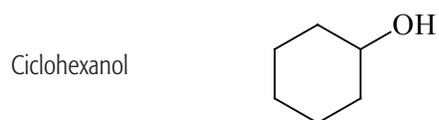
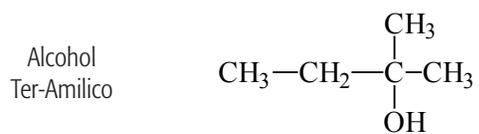
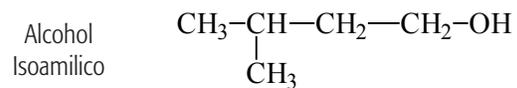
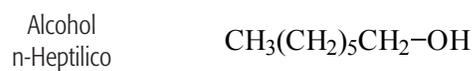
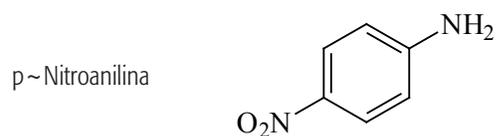
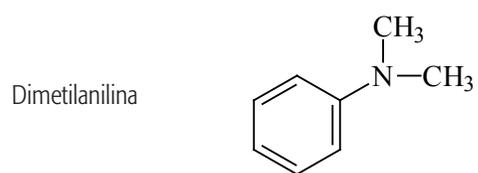
Metodología

Pruebas de solubilidad de compuestos seleccionados

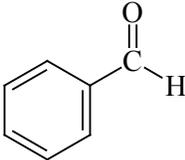
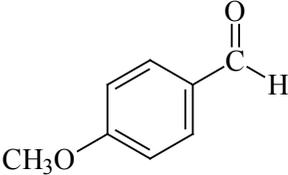
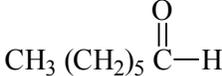
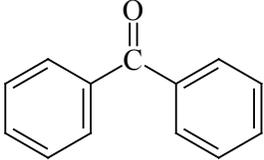
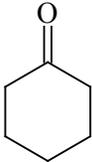
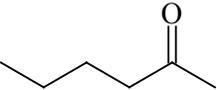
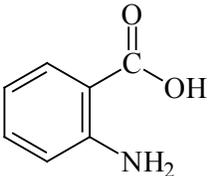
Los compuestos seleccionados para las pruebas de solubilidad se muestran en las tablas. Se necesita una sesión de laboratorio para realizar las pruebas de solubilidad de los compuestos de la primera etapa y otra sesión de laboratorio para los compuestos de la segunda etapa. Alguno de estos compuestos puede ser sustituido cuando así lo indique el profesor por uno de características químicas similares.

Compuestos primera etapa

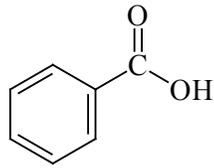
Nombre	Estructura	Solubilidad en:				
		Agua	NaOH	NaHCO ₃	HCl	H ₂ SO ₄
Acetanilida						
Acetamida						
Acrilamida						
Benzamida						
Butilamina	$\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{-NH}_2$					
Difenilamina						
Anilina						
Metilanilina						



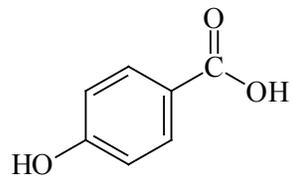
Compuestos segunda etapa

Nombre	Estructura	Solubilidad en:				
		Agua	NaOH	NaHSO ₃	HCl	H ₂ SO ₄
Benzaldehído						
Anisaldehído						
Heptaldehído	$\text{CH}_3 (\text{CH}_2)_5 \text{C}-\text{H}$ 					
Benzofenona						
Ciclohexanona						
Metil-propil cetona						
Ácidoantranílico						

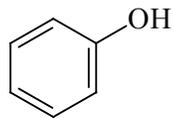
Ácidobenzoico



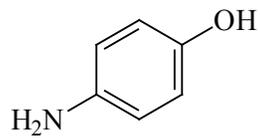
Ácido
p~hidroxibenzoico



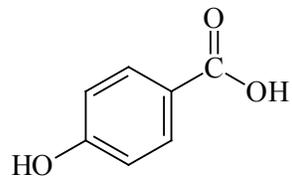
Fenol



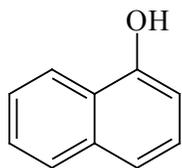
p~Aminofenol



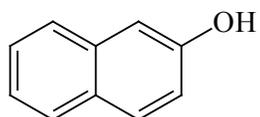
p~Hidroxifenol



α -Naftol



β -Naftol



Pruebas de solubilidad de un compuesto orgánico desconocido

Etapa 1. Toma del compuesto problema

Aunque se especifican las cantidades en cada procedimiento, en términos generales se colocan aproximadamente 0.05 a 0.1 mL (aproximadamente 2 gotas del compuesto líquido) o bien entre 25 a 50 mg del compuesto sólido (punta de espátula).

Etapa 2. Solubilidad en agua

Procedimiento. De forma inicial, se realiza una prueba de solubilidad por separado con agua y paralelamente con éter. Colocar 0.05 mL o 25 mg de compuesto en un pequeño tubo de ensaye, y agrega 0.75 mL de éter etílico gota a gota. Agitar el tubo de ensaye vigorosamente después de la adición de cada tres gotas de solvente. Si el compuesto es soluble en ambos compuestos agua y éter, las características ácido-base del compuesto se deben determinar con papel tornasol.

- Vire al rojo: compuesto ácido soluble en agua (**G Ia**)
- Vire al azul: compuesto básico soluble en agua (**G Ib**)
- Neutro al tornasol: generalmente compuestos solubles en agua (**G Ic**)
- Compuesto no soluble en éter es una sal, aminoácido, o contiene muchas características hidrofílicas (**G II,III**)

Soluble en agua y éter
Grupo Ia
<i>Papel tornasol rojo</i>
Compuestos monofuncionales (\leq de 5 C)
Ácidos (RCO_2H)
Ácidos arilsulfónicos
Grupo Ib
<i>Papel tornasol azul</i>
Aminas monofuncionales (NR_2) (\leq de 6 C)
Grupo Ic
<i>Papel tornasol neutro</i>
Alcoholes (ROH)
Aldehídos(RCHO)
Amidas(RC(O)NH_2)
Cetonas(RC(O)R')
Ésteres($\text{RCO}_2\text{R'}$)
Éteres(ROR')
Nitrilos(RCN)
Sales orgánicas($\text{RCO}_2\text{-Na+}$ y $\text{NR}_4\text{+Cl-}$)

Insoluble en agua pero soluble en éter

Hidrocarburos saturados

Hidrocarburos no saturados

Hidrocarburos aromáticos

Haluros del alquilo

Haluros de arilo

Insoluble en éter

pH ácido

Grupo //

Ácidos orgánicos fuertes

Ácidos carboxílicos (RCO_2H) (>6C)

Ácidos sulfónicos (RSO_3H)

Ácidos sulfinicos (RSO_2H)

Ácidos policarboxílicos

Clorhidratos de aminas (Sales)

Compuestos polifuncionales con grupo funcional hidrofílico

Haloácidos

Sales fenólicas

Fenoles (ArOH)

pH neutro**Grupo III**

Aminoácidos

Arilsulfonamidas sin sustituir (ArSO_2NHR) β -dicetonasEnoles ($\text{R}_2\text{C}=\text{COH}$ (R'))Imidas ($\text{RC}(\text{O})\text{NHC}(\text{O})\text{R}'$)Oximas ($\text{R}_2\text{C}=\text{NOH}$)Nitro compuestos alifáticos 1° y 2° (RNO_2)Tiofenoles (ArSH)**Sales metálicas de ácidos carboxílicos****Sales de amonio****Grupos polifuncionales como:**

Azúcares

Bisulfatos de bases débiles

Poliolios

NOTAS.

1. En la mayoría de la serie homóloga de los compuestos antes mencionados, la cadena más larga con solubilidad apreciable en agua será alcanzada aproximadamente a cinco carbonos.
2. La introducción de un halógeno bajará generalmente la solubilidad.
3. Un anillo bencénico aproximadamente equivalen a 4 carbonos alifáticos.
4. La posición del grupo funcional, la ramificación, y la compactación de la molécula afectará la solubilidad.
5. Un grupo funcional hacia el centro de la molécula incrementa la solubilidad en agua.
6. La solubilidad en agua aumenta, cuando el número de ramificaciones va incrementándose también.
7. Entre más condensada sea la forma molecular, la solubilidad en agua es creciente.

Etapa 3. Solubilidad en soluciones al 5.0% de hidróxido de sodio y bicarbonato de sodio

Procedimiento. Se recomienda primero colocar en tubos diferentes aproximadamente 3.0 mL de cada uno de estos disolventes o menos, y agregar poco a poco pequeñas cantidades de la muestra problema sólida, (no rebasar las proporciones ya que a medida que ponga más muestra problema más disolvente se usara); cuando la muestra problema es líquida se agrega gota a gota, agitando cada vez que se agrega la muestra y observando si se disuelve o forma dos fases. Otra opción es agregar 1.0 mL de disolvente (en cada porción añadida agitar), si el compuesto es soluble debe desaparecer gradualmente.

En la prueba de solubilidad con solución de NaOH al 5.0% existen una diversidad de compuestos con carácter ácido y compuestos que al realizarles el ensayo están en la frontera de ser solubles o no, como se muestra en grupo (Va). Algunas sales de sodio fenólicas muy substituidos son insolubles en el NaOH al 5.0%. Igual es el comportamiento para algunos ácidos carboxílicos.

Los ácidos carboxílicos, ácidos sulfónicos, ácido sulfínicos, fenoles, algunos enoles, imidas, compuestos nitroprimarios, secundarios y terciarios derivados del arilsulfonilo de las aminas primarias, arilsulfonamidas sin sustituir, oximas, tiofenoles y muchos otros tipos de compuestos menos familiares, son solubles en soluciones diluidas de hidróxido de sodio como se muestra en el siguiente cuadro.

Etapa 3.1 Solubilidad en NaOH al 5.0%. Un compuesto se juzga “soluble” en el NaOH si está considerablemente más soluble que en agua. Si la solubilidad con NaOH es positiva, pasar al procedimiento del NaHCO_3 ; si no proceder y realizar el procedimiento con HCl.

Soluble en NaOH	Frontera
Arilsulfonamidas sin sustituir (ArSO_2NHR)	Ésteres acetoacéticos
Ácidos (RCO_2H)	Ésteres malónicos
Ácidos sulfónicos (RSO_3H)	1.3-Dicetonas
Ácidos sulfínicos (RSO_2H)	
Ácidos policarboxílicos	
Clorhidratos de aminas (Sales)	
Compuestos polifuncionales con grupo funcional hidrofílico	
Haloácidos	
Oximas ($\text{R}_2\text{C}=\text{NOH}$)	
Tiofenoles (ArSH) (>5C)	
Sales fenólicas	
Fenoles (ArOH)	
Nitro compuestos alifáticos 1° y 2° (RNO_2)	

Etapa 3.2 Solubilidad en NaHCO_3 al 5.0%.

Procedimiento. Colocar 0.05 mL o 25 mg de compuesto en un pequeño tubo de ensaye, y agregar gota a gota 0.75 mL de la solución NaHCO_3 al 5.0%. Agitar el tubo de prueba vigorosamente después de la adición de cada tres gotas de solvente. Si es soluble con NaHCO_3 al 5.0%, entonces es un ácido orgánico débil (**G II**). Si no es soluble con NaHCO_3 al 5.0%, entonces es un ácido orgánico muy débil (**G I**).

Los siguientes grupos funcionales son solubles en soluciones diluidas de bicarbonato de sodio. Considerando que un compuesto se juzga "soluble" en NaHCO_3 si es considerablemente más soluble que en agua.

Soluble en NaOH y NaHCO_3
Grupo IV
Ácidos orgánicos débiles:
Ácidos carboxílicos (> 6C)
Fenoles (ArOH) con grupo de \bar{e} en posición orto/para
Fenoles sustituidos (ArOH)*
Ácidos sulfónicos (RSO_3H)
Ácidos sulfinicos (RSO_2H)

Insoluble
Grupo V
Aril aminas primarias
Amidas
β -dicetonas
Diésteres
Cetoésteres
Ácidos orgánicos muy débiles:
Enoles
Fenoles
Imidas
Nitro compuestos con H- α
Sulfamidas de aminas primarias
Triaril aminas

NOTA.

*Con grupos atractores de electrones orto y/o para.

Etapa 4. Solubilidad en HCl al 5.0%.

Procedimiento. Colocar 0.05 mL o 25 mg de compuesto en un pequeño tubo de ensaye, y agrega 0.75 mL de solución del ácido clorhídrico en pequeñas porciones. Agitar el tubo de prueba vigorosamente después de la adición de cada porción de solvente. Si es soluble en ácido clorhídrico, entonces es una base orgánica (**G VI**).

Si no es soluble y se encuentra la presencia de nitrógeno, azufre o sulfuro por análisis elemental, se trata de algún compuesto neutro o bien una mezcla de compuestos que pueden reducirse (**G VII, VIII**). Si no es soluble con ácido clorhídrico, entonces se realiza la prueba con H_2SO_4 concentrado en frío.

Las aminas alifáticas primarias, secundarias y terciarias forman sales (compuestos polares), con el ácido clorhídrico diluido. De aquí que las aminas alifáticas sean fácilmente solubles en ácido clorhídrico diluido. Las arilalquilaminas que contienen tan solo un grupo arilo, también son solubles. Así como las amidas di-sustituidas son solubles en ácido clorhídrico.

Soluble
Grupo VI
Aminas alifáticas primarias, secundarias y terciarias (R_3N) ($\geq 8C$)
Aminas aromáticas primarias ($ArNH_2$)
Alquilarilaminas (1 ^{er} grupo arilo) ($RArNH$)
Algunos ésteres
Insoluble
Contienen N y/o S
Grupo VII (pueden reducirse)
Aril aminas
Triaril aminas
Compuestos nitro aromáticos (Son compuestos amarillos e insolubles en H_2SO_4 concentrado)
Grupo VIII (pueden hidrolizarse)
Amidas
Nitrilos
Sulfonamidas de aminas 2 ^a

NOTA.

1. Los efectos electrónicos y estéricos de los grupos del sustituto afectarán la basicidad y por lo tanto, la solubilidad con la solución de ácido clorhídrico al 5.0%.
2. Algunas sales del clorhidrato de aminas son insolubles en ácido clorhídrico al 5.0%, por lo tanto, algunas aminas parecerán ser insolubles. Calentando la mezcla a 40-45°C disolverá estas sales.

Etapa 5. Solubilidad en H_2SO_4 concentrado (96%) y frío.

Procedimiento. Colocar 1.0 mL de H_2SO_4 en un pequeño tubo de ensaye, y agregar con precaución aproximadamente 1.0 mL de H_2SO_4 diluido y/o concentrado, depositarlo en el tubo. Poco a poco agregar 3 gotas de muestra problema líquido o unos cuantos cristales de muestra sólida (según sea el caso). Agitar con una varilla de vidrio observando detenidamente relacionando el resultado. Si la solubilidad es positiva, entonces se trata de un compuesto neutro (**G IX**). Si no es soluble, entonces es un compuesto inerte (**G X**).

Éste disolvente se usa para compuestos neutros insolubles en agua, que no contienen más elementos que carbono, hidrógeno y oxígeno. Si el compuesto es insaturado, se sulfona fácilmente y si posee un grupo funcional con oxígeno, se disolverá en ácido sulfúrico concentrado y frío.

Frecuentemente la disolución en ácido sulfúrico, va acompañada de una reacción tal como la sulfonación, polimerización, deshidratación o adición del ácido sulfúrico a enlaces olefinicos o acetilénicos.

Si se trata de verificar la solubilidad con H_2SO_4 concentrado efectuar el mismo proceso pero sin agitar la muestra y observar el resultado con cuidado. Una vez efectuadas las pruebas de solubilidad en agua o por reacción, deberá mantenerse un momento en reposo la solución para que se estabilice, y se observe si no existe separación de capas o precipitación. Precaución con el H_2SO_4 concentrado, manéjalo en la campana.

NOTA.

Importante, siempre utiliza los lentes protectores exceptuando cuando necesites verificar la solubilidad en el tubo en reposo.

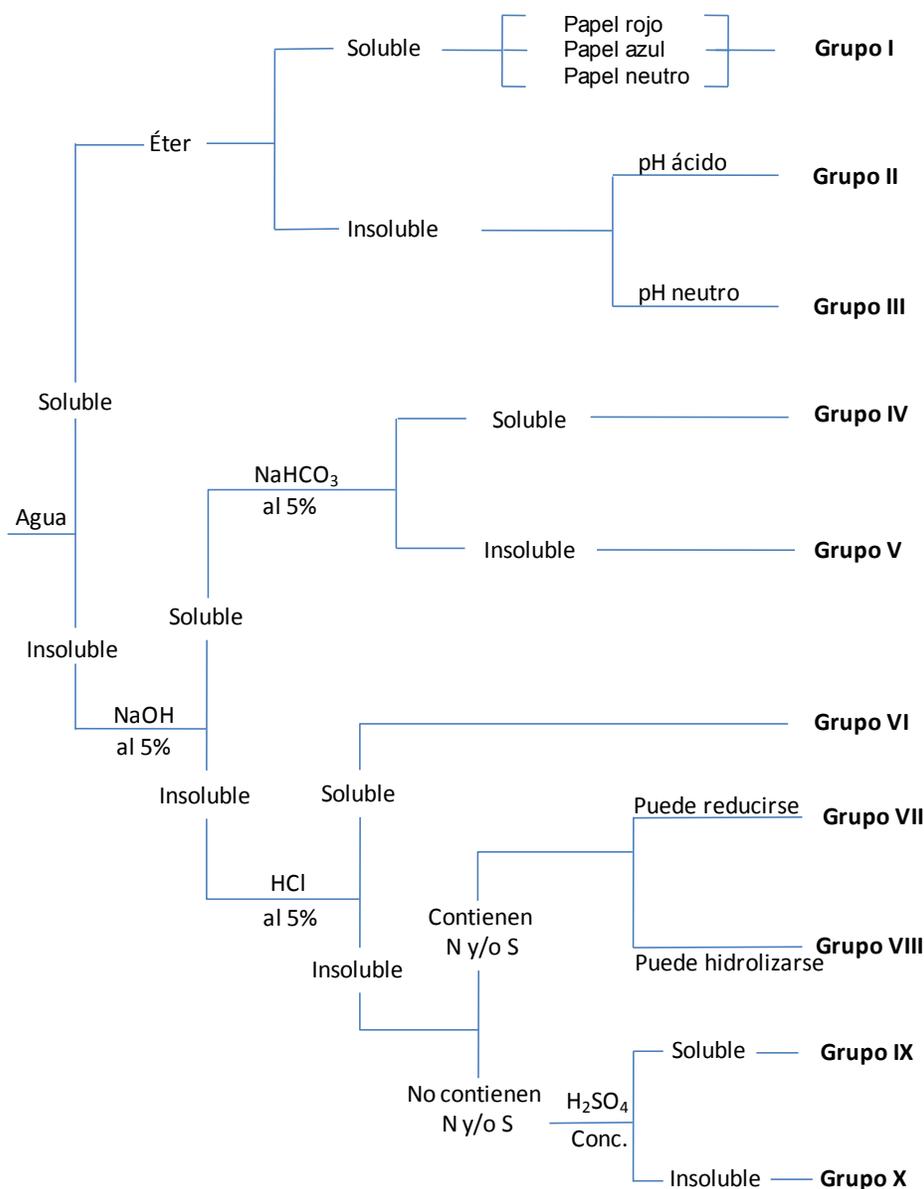
Soluble
No contiene N y/o S
Grupo IX
Alcoholes
Aldehídos
Alquenos
Alquinos
Algunos compuestos aromáticos con grupos activantes
Cetonas
Anhidridos
Ésteres (>5C<9C)
Éteres
Epoxidos
Compuestos aromáticos fácilmente sulfonados (2 o más grupos alquilo)
Hidrocarburo insaturado
Todo los compuestos que contiene oxígeno neutro

Insoluble
Grupo X
Cloruros de arilos
Compuestos inertes
Diaril ésteres
Haloalcanos
Haluros de alquilo y arilo
Hidrocarburos alifáticos saturados
Hidrocarburos aromáticos

NOTAS.

1. Los compuestos insolubles en agua que contienen carbón, hidrógeno, y oxígeno son solubles en H₂SO₄ concentrado.
2. Si el compuesto es insaturado, se sulfona fácilmente, o si posee un grupo funcional que contiene oxígeno, se disolverá.
3. Muchos alcoholes 2° y 3° se deshidratan (forman olefinas) y se polimerizan. Este polímero es generalmente negro e insoluble en ácido sulfúrico. Esto no significa que el compuesto original no se disuelva en ácido sulfúrico.

ORGANIGRAMA DE CLASIFICACIÓN DE COMPUESTOS ORGÁNICOS CON BASE EN SU SOLUBILIDAD



Reporte de resultados

En tu bitácora anota las observaciones pertinentes, y en un cuadro comparativo si las pruebas son positivas o negativas.

La muestra no es soluble: si hay presencia de dos fases separadas o mas, si la consistencia es aceitosa o hay presencia de cristales, y por lo tanto la prueba es negativa.

La muestra es soluble: si presenta una sola fase homogénea (es decir si no se forman 2 fases), sin presencia de partículas o cristales, la prueba es positiva

Bibliografía

- Carey, Francis A. **1999**. Química Orgánica. Mc Graw Hill, España, p.p. 556-559.
- David C. Eaton. **1989**. Laboratory. Investigation in Organic Chemistry. McGraw-Hill, Inc. New York, p.p. 709-798.
- Fessenden, Ralph J. **1983**. Química Orgánica. Ed. Iberoamericana. México, p.p. 263-265.
- Fritz, Feigl. Vinzenz Anger. **1978**. Pruebas a la gota en análisis orgánico. Editorial el Manual Moderno, S. A, p.p. 156-414.
- Holum, Jhon R. **1986**. Química Orgánica, Curso Breve. Ed. Limusa. México, p.p. 277-280.
- Kenneth L. Williamsom. **1999**. Macroscale and Microscale Organic Experiment. Third Edition. Houghton Mifflin Company Bosto New York, p.p. 742-778.
- Shriner, R, L. Reynold C. Fuson y David Y. Curtin. **2008**. Identificación sistemática de compuestos orgánicos, Editorial Limusa, Noriega Editores, México, D. F, p.p. 123-193.
- García Sanchez, M. A.; **2002**, Manual de prácticas de química orgánica I. Universidad Autónoma Metropolitana, México.
- Polleros, R. Daniel. **2000**. Experimental Organic Chemistry, John Wiley & Sons, Inc., USA.
- Spencer, L. Seager y Michael R. Slabaugh. **2004**. Chemistry for Today: general, organic, and biochemistry. Thomson Brooks/Cole. USA.
- Kyle, J. M. Bishop, Rafal Klajn, Bartosz y A. Grzybowski. **2006**. The Core and Most Useful Molecules in Organic Chemistry (Angewandte Chemie International Edition). Volumen 45, edición 32. USA.

Tema 5

Separación de mezclas

Objetivo

Conocer y aplicar los diferentes métodos para la separación de mezclas, con base en la solubilidad en agua o en disolventes orgánicos y en la acidez o basicidad de los compuestos orgánicos.

Introducción

La separación e identificación de los componentes de una mezcla implica, primero la separación de los compuestos individuales y segundo la caracterización del grupo al cual pertenece con base en la solubilidad y características ácido – base de cada uno de los integrantes de la mezcla. Rara vez es posible identificar los constituyentes de una mezcla sin separarlos previamente. Es importante llevar a cabo la separación de tal manera, que cada compuesto se obtenga sin impurezas, ya que esto hace posible la identificación del compuesto aislado de la mezcla.

Materiales	Reactivos
2 Vasos de precipitados de 100 mL	Tolueno
2 Pipetas graduadas 5 mL	Anilina
10 Tubos de ensaye pequeños	Ácido Benzoico
1 Gradilla	Benzaldehído
1 Pinza para tubo de ensaye	β -naftol
1 Microespátula	
10 Pipetas Pasteur con perilla	
1 Mechero Bunsen	Alumnos
1 Piceta con agua destilada	Tijeras
1 Embudo de vidrio de talle corto	Franela
1 Agitador de vidrio	Masking tape
1 Propipeta	Plumón indeleble
Lentes de seguridad (1 por alumno)	
Papel pH	

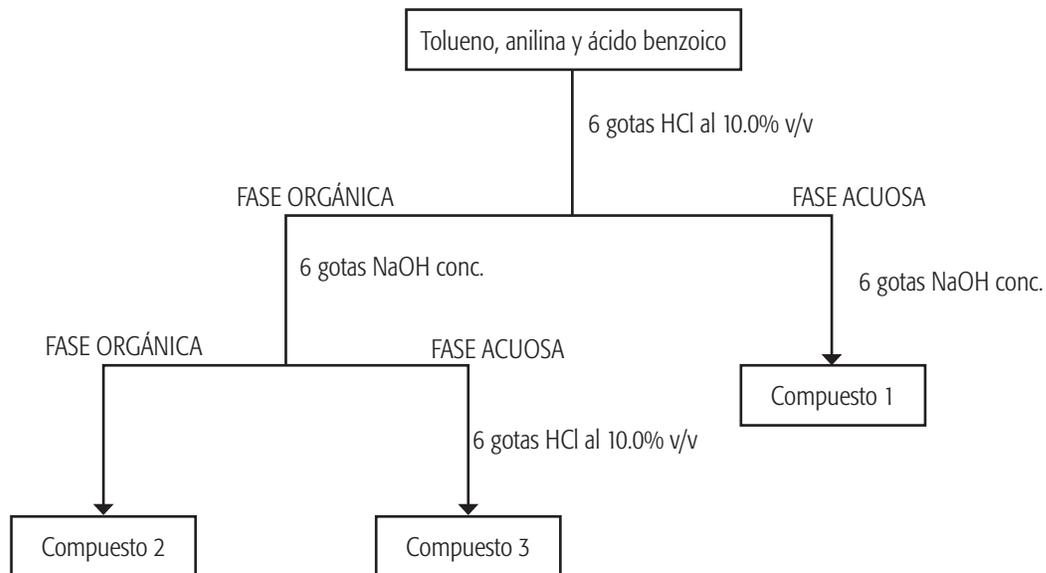
Metodología

El profesor del curso proporcionará a los alumnos mezclas de al menos tres compuestos orgánicos, procurando que en la mezcla haya un compuesto neutro, uno ácido y otro básico. Los componentes de la mezcla pueden ser sólidos o líquidos, procurando que haya un equilibrio entre estos, por ejemplo, dos líquidos y un sólido o al revés.

El procedimiento para la separación de las mezclas, está basado en los conocimientos adquiridos en el Tema 4 Solubilidad. Se presentan cuatro diagramas de mezclas de compuestos conocidos para que los alumnos separen los componentes en el laboratorio.

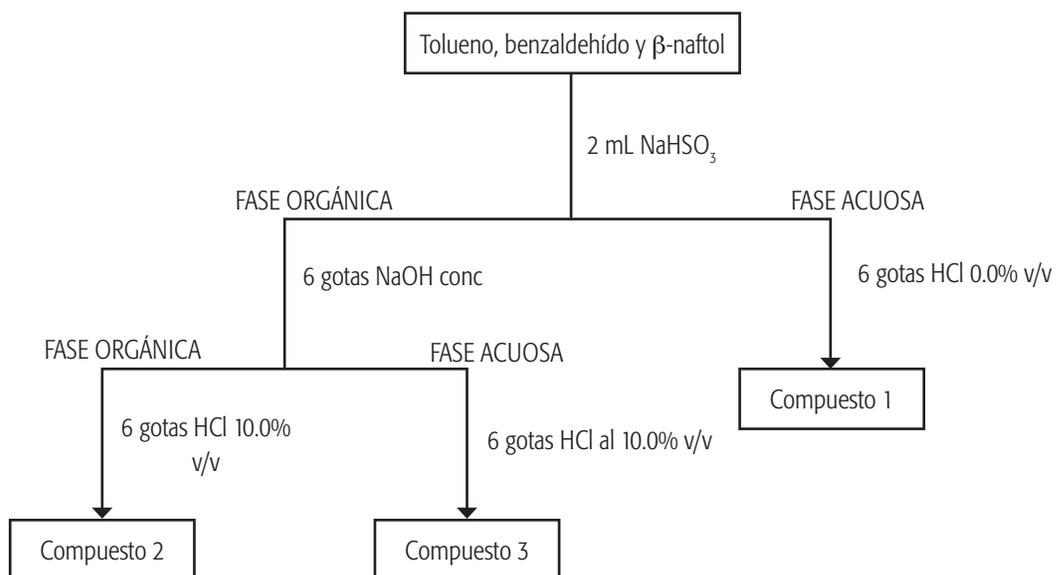
Mezcla 1. Compuestos: tolueno, anilina y ácido benzoico

Mezcla 1



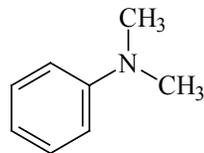
Mezcla 2. Compuestos: tolueno, benzaldehído y β-naftol

Mezcla 2

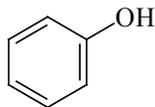


En los siguientes ejercicios, desarrolle un procedimiento satisfactorio para la separación de las mezclas. Puede utilizar reacciones de solubilidad, indicando el reactivo que se utiliza y si la separación se efectúa en la fase orgánica o acuosa. Es conveniente llevar a cabo la separación en forma práctica, para detallar pequeños inconvenientes.

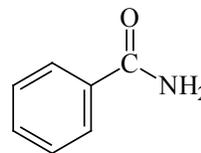
Mezcla 3



N,N-DIMETIL ANILINA

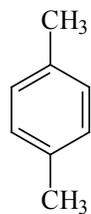


FENOL

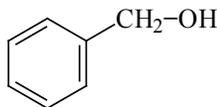
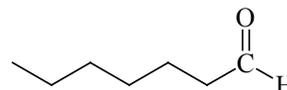


BENZAMIDA

Mezcla 4. Compuestos:



p-XILENO

ALCOHOL
BENCILICO

n-HEPTALDEHIDO

Reporte de resultados

En la bitácora anota las observaciones pertinentes, así como el viraje de color o presencia de precipitado, si el compuesto separado se disolvió y las reacciones en cada paso. Anota las fórmulas químicas de los compuestos en el diagrama de flujo de separación de mezclas. Se sugiere tomar fotografías para preparar una presentación dinámica por computadora.

Bibliografía

- Carey F. A. **1999**. Química Orgánica. Mc. Graw Hill. España, p.p. 556-559.
- Eaton D. **1989**. Laboratory investigations in organic chemistry. Mc. Graw Hill. Book Company. N. Y, p.p. 123-124.
- Fessenden R. J. **1983**. Química Orgánica. Iberoamericana. México. pp: 263-265.
- Holum J. R. **1986**. Química Orgánica. "Curso Breve". Limusa. México, p.p. 277-280.
- Shriner R. L. **2001** Identificación sistemática de compuestos orgánicos. Limusa Noriega Editores. México D. F, p.p. 109-110.
- Vogel A. L., Furnis B. S., Hannaford A. J., Smith y Tatchell A. R. **1989**. Textbook of Practical Organic Chemistry. Longman Scientific and Technical. London, p.p. 202-203.
- García Sanchez, M. A.; **2002**, Manual de prácticas de química orgánica I. Universidad Autónoma Metropolitana, México.
- Polleros, R. Daniel. **2000**. Experimental Organic Chemistry, John Wiley & Sons, Inc., USA.
- Spencer, L. Seager y Michael R. Slabaugh. **2004**. Chemistry for Today: general, organic, and biochemistry. Thomson Brooks/Cole. USA.
- Kyle, J. M. Bishop, Rafal Klajn, Bartosz y A. Grzybowski. **2006**. The Core and Most Useful Molecules in Organic Chemistry (Angewandte Chemie International Edition). Volumen 45, edición 32. USA.

Tema 6

Identificación de grupos funcionales

Objetivo

Desarrollar pruebas de clasificación que den información acerca de cuál o cuáles grupos funcionales están presentes en un compuesto orgánico desconocido.

Introducción

Debido al gran número y variedad de pruebas de clasificación que existen para identificar los grupos funcionales presentes en un compuesto orgánico, es recomendable efectuar primero pruebas de solubilidad para limitar el número de ensayos a realizar para detectar los diversos grupos funcionales.

Deben investigarse aquellos grupos funcionales cuya presencia sea compatible con el comportamiento de solubilidad como se menciona anteriormente, cuidando sustancialmente las características ácido-base que presenta la sustancia.

Materiales	Reactivos
3 Vasos de precipitados de 100 mL	NaOH al 5.0% (p/v)
3 Pipetas graduadas de 5 mL	H ₂ SO ₄ al 5.0% (v/v)
20 Tubos de ensaye medianos	NaHCO ₃ al 5.0% (p/v)
10 Tubos de ensaye grandes	HCl al 5.0% (v/v)
1 Gradilla	
2 Pinza para tubo de ensaye	Alumnos
1 Pro pipeta	Tijeras
15 Pipetas Pasteur con perilla	Franela
1 Piceta con agua destilada	Masking tape
1 Embudo de vidrio de talle corto	Plumón Indeleble
1 Agitador de vidrio	
2 Microespátulas	
Lentes protectores (1 por alumno)	
Papel pH	

NOTA.

En algunos ensayos, es necesario y recomendable realizar un ensaye en blanco (con los reactivos solamente) que sirva como testigo en el desarrollo del grupo funcional que se desea investigar.

Metodología

En este tema se presenta una serie de pruebas químicas para guiarnos a la identificación de los grupos funcionales, y para cada prueba de clasificación se menciona su respectivo procedimiento a seguir, dando el nombre del grupo funcional que se identifica.

Ácido Sulfúrico Fumante

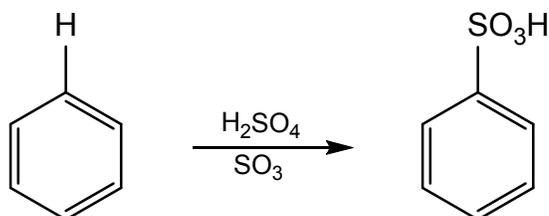
Objetivo. Esta prueba es útil para identificar a compuestos aromáticos como el benceno y sus derivados

Procedimiento

En un tubo de ensaye limpio y seco, agregar con precaución 0.5 mL de ácido sulfúrico fumante al 20.0% y en seguida 0.25 mL o 0.25 g del compuesto problema. Agitar bien la mezcla y dejarlo en reposo 5 min, agite nuevamente y dejarlo en reposo 5 min más.

Prueba positiva

La disolución completa del compuesto problema, el incremento de calor, y la mínima carbonización es prueba positiva.



NOTA.

Precaución, esta prueba se debe realizar en una campana.

Utilizar este reactivo con compuestos relativamente inertes, tal como compuestos insolubles con el ácido sulfúrico concentrado identificados en las pruebas de solubilidad o compuestos con grupos activantes fuertes (OH, NH₂) que pueden descomponerse violentamente con el ácido sulfúrico fumante.

Adición de Agua del Bromo

Objetivo. Esta prueba es útil para identificar fenoles

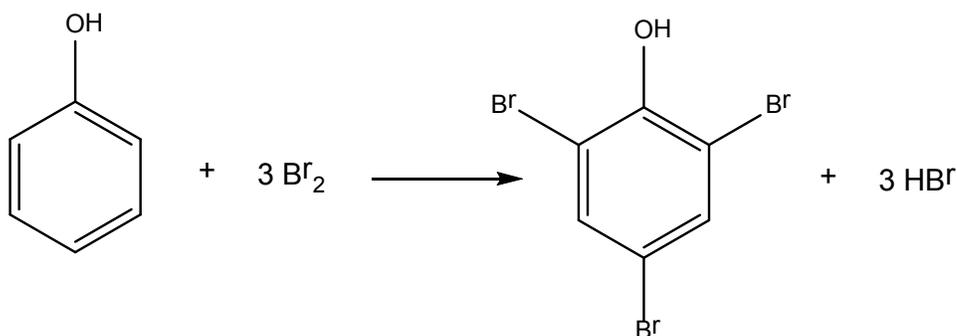
Procedimiento

En un tubo de ensaye disolver 0.1 g del compuesto desconocido en 10 mL de agua si el compuesto no se disuelve, agregar 1 mL de dioxano. En seguida adicionar 2 o 3 gotas de agua de bromo hasta que el color del bromo no se decolore más.

Prueba positiva

La decoloración del bromo o bien la formación de un precipitado blanco se considera prueba positiva.

Fenol



NOTA.

Los mercaptanos reaccionan fácilmente.

Se genera HBr, pero no se observará puesto que el reactivo es acuoso.

Adición de Bisulfito de Sodio Modificado

Objetivo. Esta prueba es útil para identificar al grupo carbonilo de aldehídos o cetonas

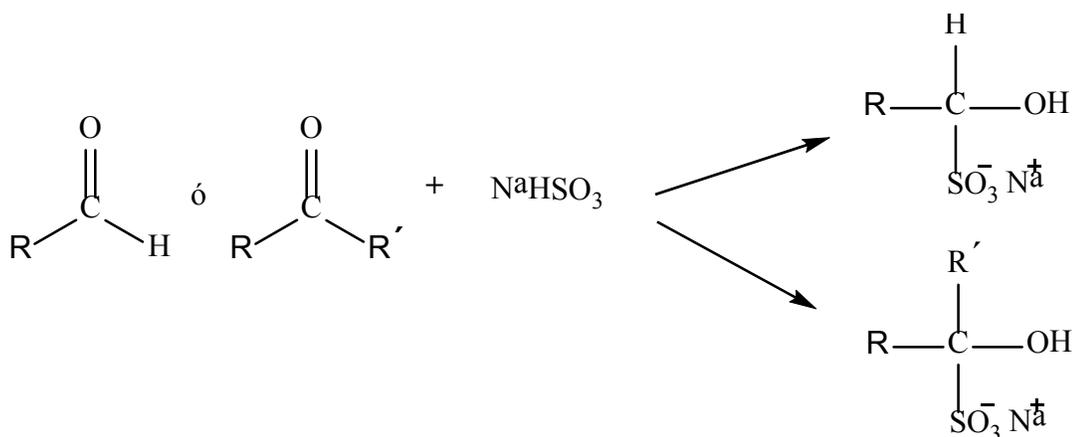
Procedimiento

En un tubo de ensaye, poner 1 mL de reactivo del bisulfito del sodio y agregar 0.3 mL o 30 mg del compuesto problema. Tapar el tubo de ensaye y agitar vigorosamente y con precaución.

Reactivo de bisulfito de sodio: Agregar 1 mL de etanol a 4 mL de una solución acuosa de bisulfito del sodio al 40.0%. Decantar o filtrar la solución antes de usarse.

Prueba positiva

La formación de un precipitado es prueba positiva.

Aldehído y cetona**NOTA.**

Las metil y aril cetonas forman el precipitado lentamente o no lo forman.

Anhídrido Crómico (Oxidación de Jones)

Objetivo. Esta prueba es útil para oxidar y diferenciar alcoholes

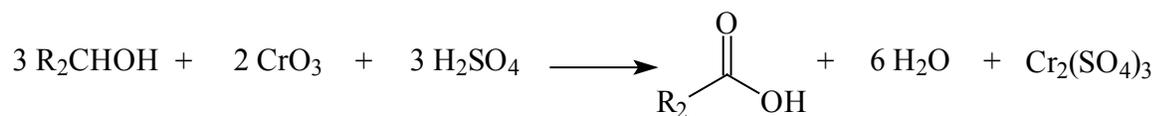
Procedimiento

En un tubo de ensaye, adicionar 1 mL de acetona y en seguida agregar 2 gotas o 10 mg del compuesto problema. Agitar la mezcla formada y después agregar 2 gotas del reactivo de Jones observando el resultado de reacción casi de inmediato. Realizar una prueba control con la acetona y comparar el resultado.

Reactivo de Jones: Una suspensión de 25 g del anhídrido crómico (CrO₂) en 25 mL de ácido sulfúrico concentrado se vierte con precaución lentamente y con agitación en 75 mL de agua. Se forma una solución caliente de color naranja-rojiza, se deja

enfriar a temperatura ambiente antes de usar. Tener cuidado. Algunas muestras de acetona pueden dar una prueba positiva formando una solución turbia en 20 s, si esto sucede, se debe purificar la acetona, agregando una pequeña cantidad de permanganato de potasio y destilando esta para purificarla.

Prueba positiva



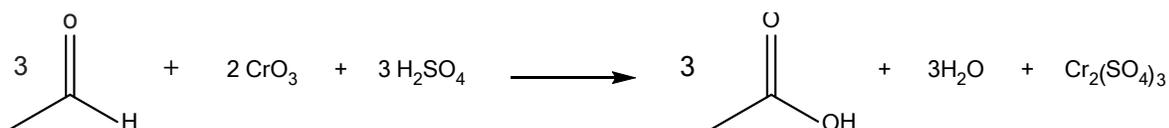
La formación de una suspensión opaca de color verde a azul es prueba positiva para alcoholes primarios o secundarios. Los alcoholes terciarios no dan ninguna reacción visible en un rango de los dos segundos, la solución permanece naranja. Descartar cualquier cambio después de dos segundos.

Alcohol

NOTA.

Los aldehídos pueden dar prueba positiva pero estos se caracterizan mejor con otras pruebas. El color se desarrolla generalmente de 5 a 15 s.

Aldehído



La prueba es positiva para enoles. Los fenoles dan la formación de una solución oscura en lugar del color azul – verde como prueba positiva.

Formación de Anilida

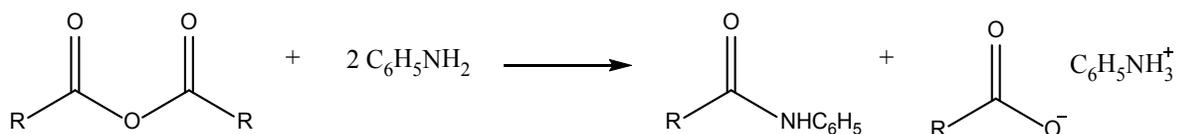
Objetivo. Esta prueba es útil para identificar anhídridos de ácido.

Procedimiento

En un tubo con tapón de rosca, colocar 0.2 mL de anilina, 1 mL de agua, y 0.2 mL o 0.2 g del compuesto problema. A esta solución agregar en porciones, con agitación vigorosa, 10 mL de solución del hidróxido de sodio al 20.0%. Agitar la solución del tubo tapado por varios minutos, y después probar la solución con el papel de tornasol para cerciorarse de que es todavía alcalino.

Prueba positiva

La formación de un sólido es una prueba positiva.



NOTA.

Los anhídridos y los haluros del acilo producen anilidas que precipitan.

La humedad presente en el compuesto problema o desconocido dará una prueba negativa.

Formación del Complejo de Cobre

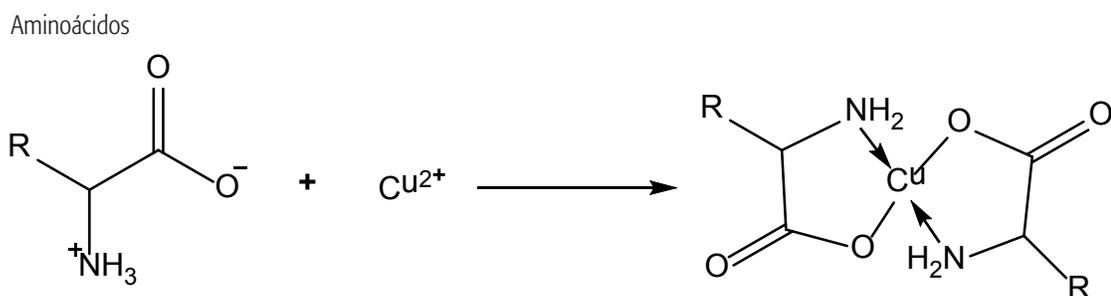
Objetivo. Esta prueba es útil para formar complejos de cobre de aminoácidos

Procedimiento

En un tubo de ensaye colocar una pequeña cantidad del compuesto problema, disolver en un mL de agua. Agregar dos gotas de sulfato de cobre (II) 1M. Si no se forma un color azul inmediatamente, calentar el tubo de ensaye en baño María por 5 min.

Prueba positiva

La formación de un color azul marino moderado a intenso es prueba positiva.

**NOTA.**

Algunos α -amino ácidos son poco solubles en agua fría. Por lo que disueltos en agua caliente darán una prueba positiva.

Las aminas alifáticas forman un precipitado azul.

Las anilinas dan un color marrón o verde.

Las aminas aromáticas producen un color azul-púrpura.

Formación de Osazonas

Objetivo. Esta prueba es útil para obtener derivados de carbohidratos (osazonas)

Procedimiento

En un tubo de ensaye, colocar 0.2 g de la muestra problema, agregar 0.4 g del clorhidrato de la fenilhidracina, 0.6 g de cristales de acetato de sodio, y 4 mL de agua destilada. Colocar el tubo de ensaye en un baño maría a máxima temperatura. Tomar el tiempo en que aparece el precipitado formado desde el momento que el tubo de ensaye fue colocado en el baño y la aparición de la precipitación. Retirar el tubo de ensaye del baño maría después de 20 min., y dejarlo enfriar. Con cuidado separar una pequeña cantidad del líquido y del sólido sobre un vidrio de reloj. Inclinar el vidrio de reloj de lado a lado para separar hacia fuera los cristales, y absorber algo del líquido con un pedazo de papel filtro, teniendo cuidado de no machacar o romper los cristales formados.

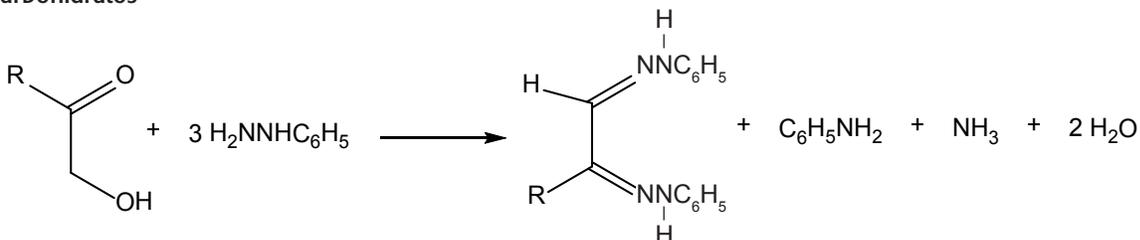
NOTA.

La oxidación de la fenilhidrazina se puede prevenir por la adición de 0.5 mL de solución saturada del bisulfito del sodio antes de ser calentado para evitar la formación de compuestos indeseables en la obtención de osazona.

Prueba positiva

Los carbohidratos y 1,2-dioles dan una prueba positiva.

Carbohidratos



NOTA.

Los tiempos requeridos para la formación de las osazonas pueden ser una ayuda valiosa en la distinción entre varios azúcares. Los cristales se forman a diferentes tiempos, que son los requeridos para que la osazona se precipite de la solución caliente: fructosa 2 min.; glucosa 4-5 min; xilosa, 7 min; arabinosa, 10 min; galactosa, 15-19 min; rafinosa, 60 min; lactosa, maltosa y manosa, en 0.5 min (hidrazona); sacarosa, 30 min (debido a la hidrólisis y a la formación de glucosazona).

Hidrólisis Básica (NaOH)

Objetivo. Esta prueba es útil para hidrolizar enlaces de amidas y nitrilos

Procedimiento

En un tubo de ensaye agregar 0.2 g del compuesto problema, adicionar 5 mL de solución del hidróxido de sodio al 10.0%. Agitar la mezcla, y con precaución trate de percibir el desprendimiento de amoníaco. Si no es percibido, calentar la solución a ebullición y determinar el olor. Se puede probar la acción del vapor en el papel de tornasol color rosa o papel filtro humedecido con una solución del sulfato de cobre II. Si se está desarrollando la formación de amoníaco o la amina, el papel tornasol vira al azul. El amoníaco, que se desprende solamente de las aminas primarias, dará vire a la solución del sulfato de cobre II el azul del papel filtro. Los nitrilos y las sales del amonio también darán una prueba positiva con el sulfato de cobre II.

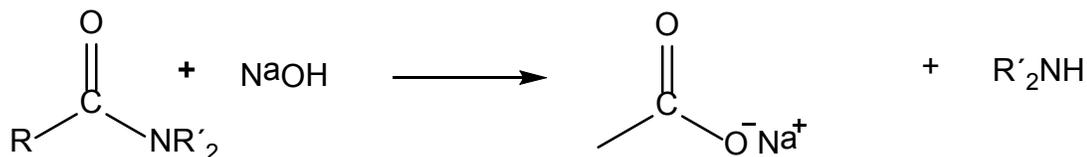
Prueba positiva

Amidas primarias - la producción de amoníaco es una prueba positiva.

Amidas secundarias – el vire a color azul del papel tornasol es una prueba positiva.

Amidas terciarias - el vire a color azul del papel tornasol es una prueba positiva.

Nitrilos - la producción de amoníaco es una prueba positiva.

Amida**NOTA.**

La sal del ácido carboxílico se debe aislar y analizar para determinar el equivalente de la neutralización. La amina desarrollada se debe también recoger y probar con el reactivo de Hinsberg o la prueba ácido nitroso.

Neutralización con Hidróxido de Sodio

Objetivo. Esta prueba es útil para neutralizar sales de aminas

Procedimiento

Colocar en un tubo de ensaye 5 mL de solución del hidróxido de sodio al 10.0%, agregar 0.2-0.4 g del compuesto problema, agitar la mezcla vigorosamente. Observar la formación de una capa aceitosa de la amina o bien tratar de percibir el olor del amoníaco. Humedecer un trozo de papel tornasol y colocarlo en la boca del tubo que por acción con el vapor de amoníaco dará un vire al azul si está presente o bien el de amina volátil presente.

Prueba positiva

El olor del amoníaco es una prueba positiva para las sales de amonio.

La formación y separación de una capa aceitosa de la amina es una prueba positiva para las sales de las aminas

Sal de la amina**Prueba con Ácido Hidroxámico**

Objetivo. Esta prueba es útil para identificar anhídridos de ácido, ésteres, amidas y ácidos sulfónicos.

Procedimiento Etapa 1

En un tubo de ensaye, disolver 2 gotas o 0.1 g del sólido del compuesto problema en 1 mL de etanol al 95.0% y agregar 1 mL de ácido clorhídrico 1 M. Enseguida agregar a la solución 1 gota de cloruro férrico al 5.0%, observar el color producido. Si se produce un color naranja, rojo, azul, o violeta constante, la prueba no debe realizarse para el grupo del acilo.

Procedimiento. Etapa 2

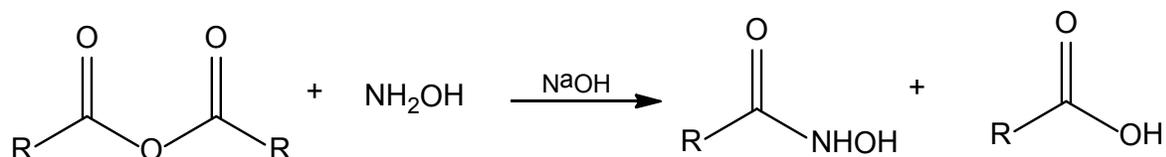
En un tubo de ensaye calentar a ebullición una mezcla compuesta de 1 gota o cerca de 40 mg del compuesto problema, 1 mL de clorhidrato de la hidroxilamina de 0.5 M en etanol al 95.0%, y 0.2 mL de hidróxido de sodio de 6.0 M. Después de que la solución se haya enfriado levemente, agregar con precaución 2 mL de ácido clorhídrico 1 M. Los anhídridos, haluros de acilo, y los ésteres habrían reaccionado con la hidroxilamina para formar el ácido hidroxámico. Si la solución se enturbia, agregar 2 mL de etanol del 96%. Observar el color producido cuando una gota de la solución del cloruro férrico al 5.0% se agrega. Si no persiste el color causado por la gota de la solución del cloruro férrico, continuar agregando la solución del cloruro férrico gota a

gota hasta que el color observado impregne la solución entera de la prueba. Comparar el color con el producido en la etapa 1.

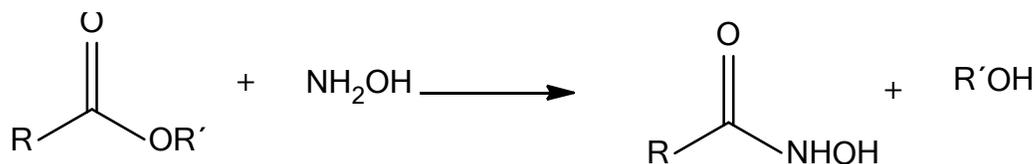
Prueba positiva

La formación de un color magenta o vino del complejo férrico de hidroxamato es prueba positiva. Comparar el color de esta solución con el naranja observado cuando se prueba con el cloruro férrico en presencia del ácido. El color es debido a la formación de complejo férrico del hidroxamato.

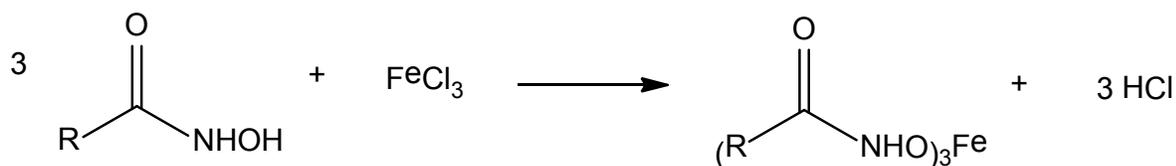
Anhídrido ácido



Ester



Formación férrica del complejo de Hidroxamato



NOTA.

Algunos ácidos pueden dar prueba positiva.

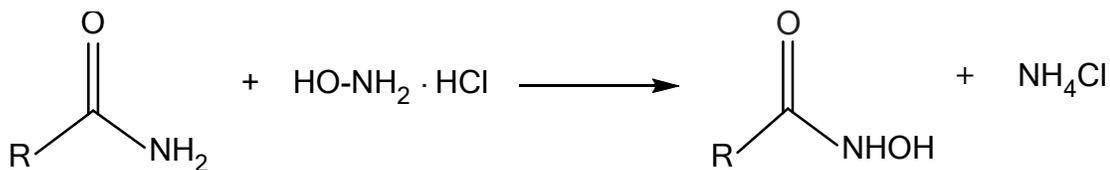
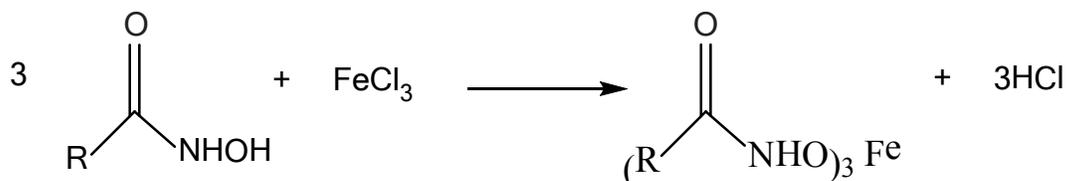
Compuestos nitro primarios y secundarios, imidas, algunas amidas, la mayoría de los nitrilos, y aldehídos (sin α -hidrógenos dan prueba positiva).

Procedimiento. Etapa 3

En un tubo de ensaye, agregar 2 mL de una solución del clorhidrato de la hidroxilamina 1.0 M en propilenglicol, enseguida se adicionan 2 gotas o 30 mg del compuesto disuelto en 0.5 mL de propilenglicol. Agregar 1 mL de hidróxido de potasio 1.0 M y la mezcla se agita y se hierve suavemente por 2 min enseguida se enfría a temperatura ambiente, y se agrega 0.5 a 1 mL de una solución del cloruro férrico al 5.0% en alcohol.

Prueba positiva

La formación de un color rojo a violeta es prueba positiva.

Amida**Formación férrica del complejo Hidroxamato****NOTA.**

El colore amarillo indica prueba negativa, el color marrón o la formación de precipitados se consideran como indeterminados. Las amidas con impedimento estérico dan prueba negativa

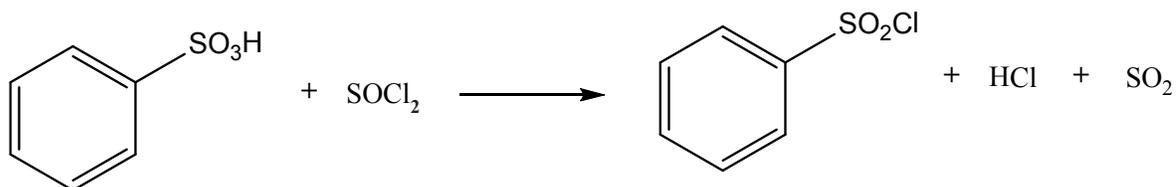
Procedimiento. Etapa 4

Para preparar el cloruro de bencensulfonilo a partir del ácido sulfónico, se combinan en un tubo de ensaye 5 gotas del cloruro de tionilo y 100 mg del ácido sulfónico y se calienta en agua a ebullición por 1 min, enseguida dejar que se enfríe a temperatura ambiente. Al tubo de ensaye, se agregan 0.5 mL de una solución saturada de clorhidrato de hidroxilamina en metanol. Enseguida una gota del acetaldehído. El cloruro de sulfonilo experimenta la reacción con la hidroxilamina para formar un intermediario, cuando se agrega el acetaldehído, forma el ácido hidroxámico. Agregar gota a gota una solución del hidróxido de potasio 2 M en metanol hasta que la solución sea levemente básica, comprobado con el papel del pH. Calentar la solución a ebullición y dejar enfriar. Enseguida acidificar la mezcla agregando, gota a gota ácido clorhídrico 0.5 M hasta que el papel tornasol azul sea rojo. Agregar una gota de la solución del cloruro férrico al 5.0%. Observar el producto final. El cloruro férrico convierte el ácido hidroxámico a un complejo hidroxamato férrico.

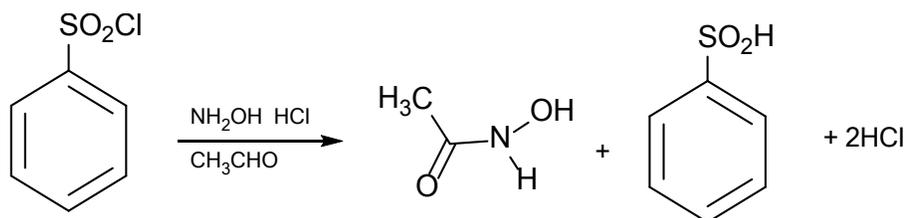
Los cloruros de sulfonilo se pueden tratar directamente con el clorhidrato de la hidroxilamina. Las sales de ácidos sulfónicos primero se neutralizan con el ácido clorhídrico, después se evaporan hasta sequedad. El residuo entonces se trata con el cloruro de tionilo como se describe anteriormente.

Prueba positiva

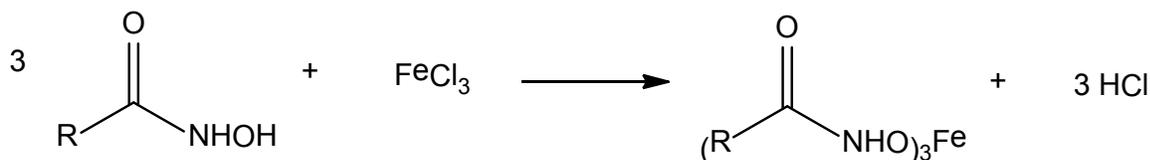
La formación de una coloración magenta del complejo férrico del hidroxamato es prueba positiva.

Ácido sulfónico

Cloruro de bencensulfonilo



Formación férrica del complejo de hidroxamato



Prueba con Ácido Nitroso (Reacción de Copulación)

Objetivo. Esta prueba es útil para identificar aminas

Procedimiento

En un tubo de ensaye, disolver 0.5 mL o 0.5 g del compuesto problema con una solución de 1.5 mL de ácido clorhídrico concentrado diluidos con 2.5 mL de agua, y enfriar la solución a 0°C con hielo, manteniendo la solución fría del clorhidrato de la amina. En otro tubo de ensaye, disolver 0.5 g del nitrito de sodio en 2.5 mL de agua y agregar esta solución al tubo anterior gota a gota, con agitación. Continuar la adición hasta que la mezcla dé una prueba positiva para el ácido nitroso. La prueba es realizada poniendo una gota de la solución en el papel del almidón-yoduro; un color azul indica la presencia de ácido nitroso. Si la prueba es positiva, pasar 2.0 mL de la solución a otro tubo de prueba, calentar suavemente, y comprobar la formación del gas.

Prueba positiva

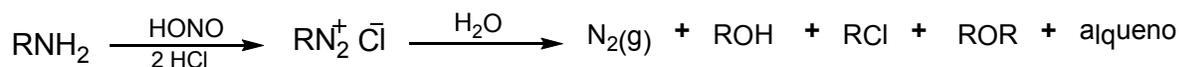
Las aminas primarias alifáticas dan prueba positiva cuando forman un burbujeo rápido sobre la adición de nitrito de sodio calentando.

El aceite amarillo claro de las aminas secundarias sin la evolución del gas es una prueba positiva.

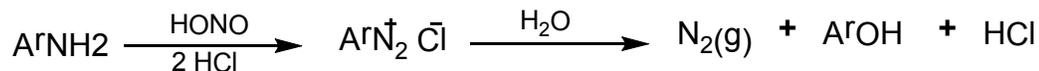
La prueba positiva inmediata de las aminas terciarias alifáticas para el ácido nitroso sin la formación de gas es una prueba positiva.

La solución anaranjado oscuro de las aminas terciarias aromáticas o sólido anaranjado, cuando al tubo se le da vueltas circulares aparece un verde es una prueba positiva.

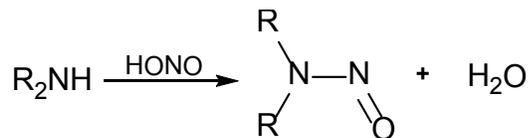
Amina primaria alifática



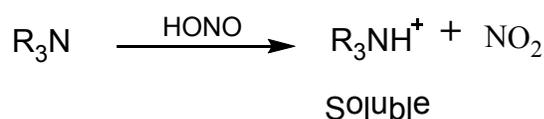
Amina primaria aromática



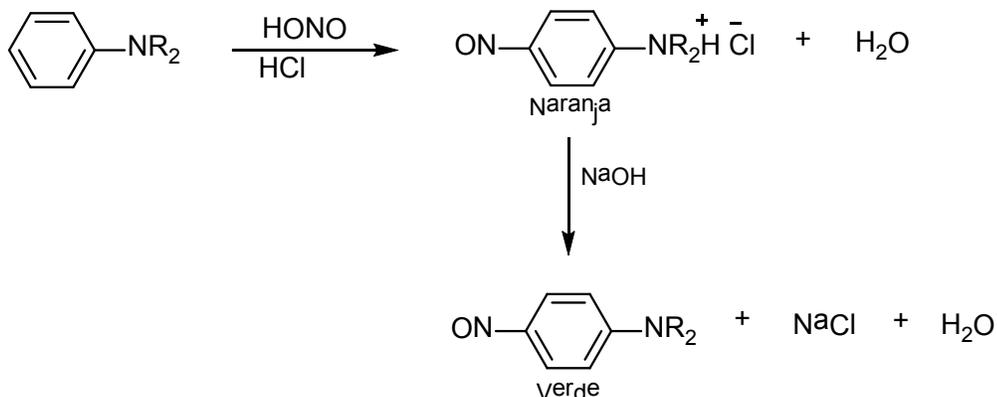
Amina secundaria



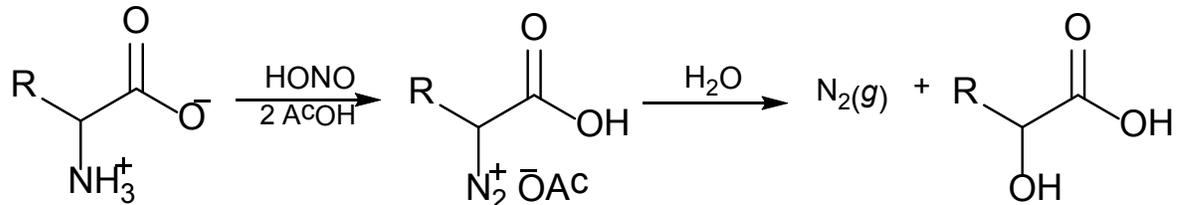
Amina terciaria alifática



Amina terciaria aromática



Aminoácidos



NOTA.

Los compuestos que tienen un grupo metileno adyacente a un grupo carbonilo dan una prueba positiva.

El ácido nitroso reaccionará con las amidas y los fenoles.

Prueba con Bromo en Tetracloruro de Carbono

Objetivo. Esta prueba es útil para identificar dobles o triples enlaces carbono – carbono que sufre la adición de una molécula de bromo.

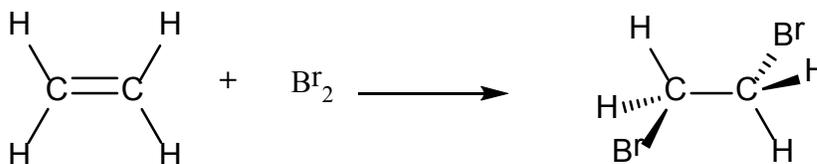
Procedimiento

En una tubo de ensaye, agregar 0.1 g o 0.2 mL del compuesto problema, adicionar 2.0 mL de tetracloruro de carbono, agitar y después agregar gota a gota una solución al 5.0% del bromo en tetracloruro de carbono, agitando, hasta que persista el color del bromo.

Prueba positiva

La decoloración del color del bromo sin la evolución del gas del bromuro de hidrógeno es una prueba positiva.

Alquenos



NOTA.

Esta prueba debe realizarse junto con la prueba de Baeyer (KMNO_4 diluido).

Grupos desactivantes en la posición vinílica pueden hacer que la reacción sea tan lenta que esta resulte negativa.

La piridina y las aminas terciarias pueden reaccionar con el bromo y dar una prueba positiva.

Las aminas alifáticas y aromáticas pueden decolorar la prueba de bromo sin el desprendimiento o formación de bromuro de hidrógeno.

Prueba con Clorhidrato de Hidroxilamina

Objetivo. Esta prueba es útil para identificar al grupo carbonilo de aldehídos o cetonas.

Procedimiento. Etapa 1

Para los aldehídos neutros. En un tubo de ensaye, agregar 1 mL del reactivo de clorhidrato hidroxilamina con indicador universal de Bogen, agregar dos gotas o 0.2 g del compuesto problema, agitar y observar el cambio del color. Si no registra ningún cambio pronunciado a temperatura ambiente, enseguida y con cuidado, calentar la mezcla a ebullición y observar.

Procedimiento. Etapa 2

(b) Para los aldehídos ácidos o básicos. En un tubo de ensaye, agregar 1.0 mL de la solución indicadora y adicionar dos o tres gotas o 0.2 g del compuesto problema o desconocido, agitar y ajustar el color de la mezcla de modo que coincida con 1 mL reactivo universal del clorhidrato de hidroxilamina de Bogen; en otro tubo de ensaye por separado del mismo tamaño. Esto se realiza agregando algunas gotas del hidróxido de sodio del 1.0% o solución de ácido clorhídrico al 1.0%. Enseguida agregar la solución resultante a 1.0 mL de reactivo universal del clorhidrato de hidroxilamina indicador de Bogen o de Grammercy. Observar si se produce un color rojo.

Reactivo universal de clorhidrato de Hidroxilamina Indicador de Bogen o de Grammercy: A una solución de 50 mg del clorhidrato de la hidroxilamina en 100 mL de etanol del 96% se agrega 0.03 mL del indicador universal de Bogen o de Grammercy. El color de la solución se ajusta a una coloración naranja brillante (pH 3.7-3.9) adicionando el hidróxido de sodio en etanol al 5.0% gota a gota. El reactivo es estable por varios meses para su uso.

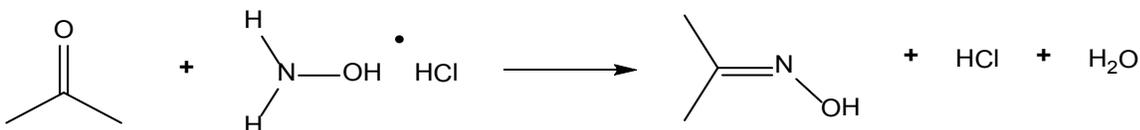
Reactivo de Bogen. El Indicador universal de pH, se prepara disolviendo 0.2 g de fenolftaleína, 0.4 g de rojo de metilo, 0.6 g de dimetilazobenceno, 0.8 g de bromotimol y 1.0 g de azul de timol todos en 1.0 L de etanol absoluto. Se debe neutralizar la solución mediante el agregado de unas pocas gotas de solución diluida de hidróxido de sodio hasta que su color cambie a un amarillo puro. De acuerdo con el pH de la solución este indicador universal mostrará diferentes colores, los colores correspondientes a los distintos pH aproximados se muestran en la siguiente tabla:

pH	COLOR
2	Rojo
4	Naranja
6	Amarillo
8	Verde
10	Azul
12	Purpura

Prueba positiva

Un cambio en color de anaranjado al rojo constituye una prueba positiva.

Aldehídos y cetonas



NOTA.

Algunas cetonas de peso molecular alto requieren calentamiento.

Los azúcares, las quinonas, y las cetonas con impedimento estérico dan prueba negativa. El pH de la solución es un punto crítico y debe ser ajustado.

Prueba con Cloruro Férrico y Piridina

Objetivo. Esta prueba es útil para identificar fenoles

Procedimiento

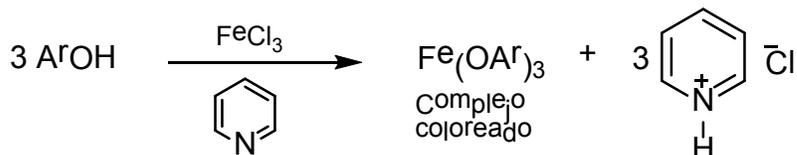
En un tubo de ensaye seco, agregar 4 o 5 gotas o 30 a 50 mg del compuesto problema seguido de 2.0 mL de cloroformo y mezclar con precaución. Si el compuesto desconocido no disuelve, incluso parcialmente, agregar 2 a 3 mL más cloroformo y calentar suavemente. Si no se registra cambio agregar 1.0 mL de dioxano. Nuevamente calentar suavemente y enfriar a 25°C, agregar 2 gotas de la solución al 1.0% del cloruro férrico anhidro en el cloroformo seguido por 3 gotas de la piridina. Agitar

con cuidado el tubo de ensaye y observar el color producido inmediatamente. Una variante se puede realizar si no se le agrega piridina y solo se calienta.

Prueba positiva

La formación del color azul, violeta, púrpura, verde, o rojo marrón es prueba positiva.

Fenol



NOTA.

Se recomienda que este proceso se trabaje en la campana de extracción.

No todos los fenoles o enoles dan resultados positivos.

La mayoría de las oximas, de los ácidos hidroxámicos, y de los ácidos sulfinicos dan una prueba positiva.

Prueba de Ferrox

Objetivo. Esta prueba es útil para identificar éteres

Procedimiento

En un mortero seco, colocar un cristal del sulfato ferroso amoniacal y un cristal de tiocianato de potasio, se muelen cuidadosamente y se pasa a un tubo de ensaye. La mezcla molida da origen a la formación de hexatiocianoferrato férrico. En otro tubo de ensaye, disolver 30 mg o 3 gotas del compuesto problema en una cantidad mínima de tolueno. En seguida se agrega el sólido molido de hexatiocianoferrato férrico y se mezcla con el compuesto problema desconocido.

Prueba positiva

Una prueba positiva se considera, si el sólido se disuelve y desarrolla un color púrpura y/o vira a una coloración rojiza, el compuesto contiene el oxígeno.

Éter



NOTA 1.

Los hidrocarburos, los haluros alquílicos, los éteres diarilos, y otros éteres de peso molecular elevado dan prueba negativa. La mayoría de los compuestos en los cuales el oxígeno está en un grupo carbonilo en conjugación con un anillo aromático o un producto de enlace doble dan una prueba negativa. Tales compuestos incluyen el ácido cinámico, los ácidos aromáticos, los ésteres aromáticos, los anhídridos aromáticos, o las cetonas aromáticas. Los fenoles también dan una prueba negativa. Sin embargo, los aldehídos aromáticos dan una prueba positiva. Otros compuestos que producen una prueba positiva son ácidos alifáticos, aldehídos alifáticos, cetonas alifáticas, ésteres alifáticos, anhídridos alifáticos, y éteres alifáticos.

Esta prueba se debe utilizar conjuntamente con otras pruebas. Si el compuesto desconocido produce una prueba positiva, pero da prueba negativa para un aldehído, una cetona, un éster, un ácido carboxílico, o un anhídrido, el compuesto es un éter alifático o de peso molecular bajo.

NOTA 2.

Otra opción es un mortero seco, colocar un cristal del cloruro férrico y un cristal de tiocianato de potasio, moler cuidadosamente y se pasa a un tubo de ensaye. La mezcla molida da origen a la formación de hexatiocianoferrato férrico.

En este caso el $\text{Fe}(\text{SCN})_3$ es un compuesto de color rojizo, aunque esta reacción sirve como prueba para determinar Fe^{3+} en alguna muestra, aplicarla en paralelo con la muestra problema.



Prueba de Hidrólisis

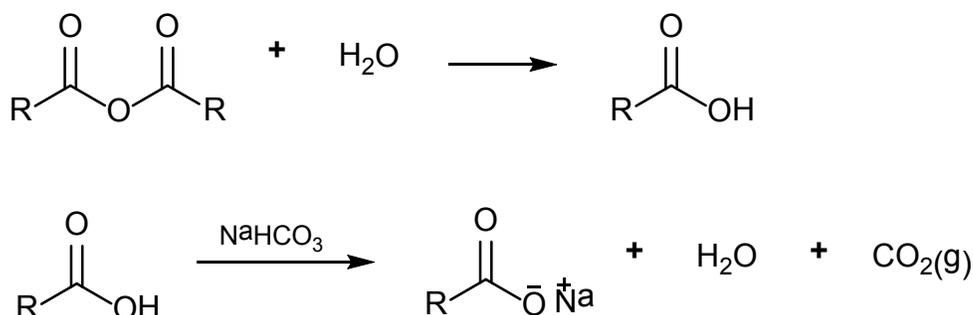
Objetivo. Esta prueba es útil para identificar anhídridos de ácido

Procedimiento

En un tubo de ensaye, agregar 2 o 3 gotas o 0.1 g de cristales del compuesto problema, 1.0 mL de agua, tocar y determine si el tubo de ensaye se calienta. Si el tubo de ensaye se calienta, la prueba es positiva para un anhídrido ácido o un haluro de acilo, puesto que el agua reaccionará con estos compuestos para formar el ácido carboxílico con la formación de calor. Agregar 1.0 mL de metanol para disolver la muestra. La solución se vierte lentamente en 1.0 mL de una solución saturada del bicarbonato de sodio.

Prueba positiva

El desprendimiento de bióxido de carbono y calor es prueba positiva.



NOTA.

Anhídridos alifáticos de peso molecular alto y los aromáticos no se hidrolizan rápidamente con agua y por lo tanto no dar prueba positiva.

Prueba de Hinsberg

Objetivo. Esta prueba es útil para la identificación de aminas

Procedimiento

Se colocan 0.3 mL o 300 mg del compuesto problema en un tubo de ensaye, agregar 5.0 mL de solución del NaOH al 10.0% y 0.4 mL de cloruro de bencensulfonilo. Tapar el tubo de ensaye, y agitar con fuerza. Comprobar que la solución es alcalina. Después de que todo el cloruro del bencensulfonilo haya reaccionado, enfriar la solución y separar el precipitado presente. Comprobar la solubilidad del precipitado con la solución de ácido clorhídrico al 10.0%. Si no permanece ningún residuo, después tratarlo con la solución de ácido clorhídrico al 10% dejarlo en reposo y observar si forma un precipitado.

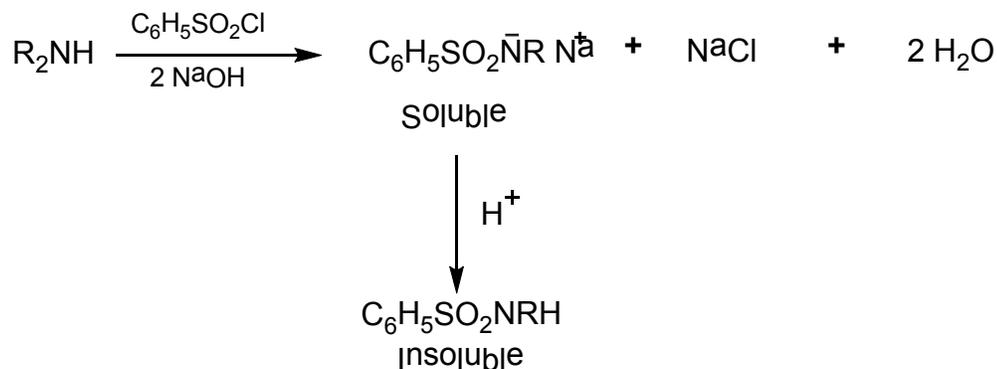
Prueba positiva

Aminas primarias – los precipitados del ácido se disuelven en base, son una prueba positiva.

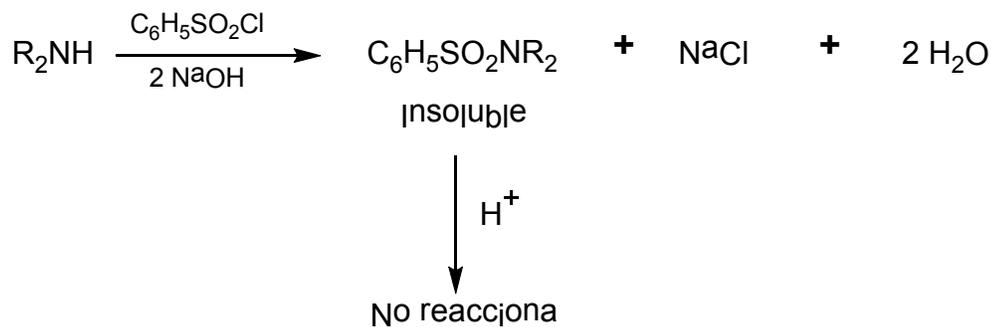
Aminas secundarias – si los precipitados de la base no cambia con ácido son una prueba positiva.

Aminas terciarias – si el precipitado de la base se disuelven en ácido, son una prueba positiva.

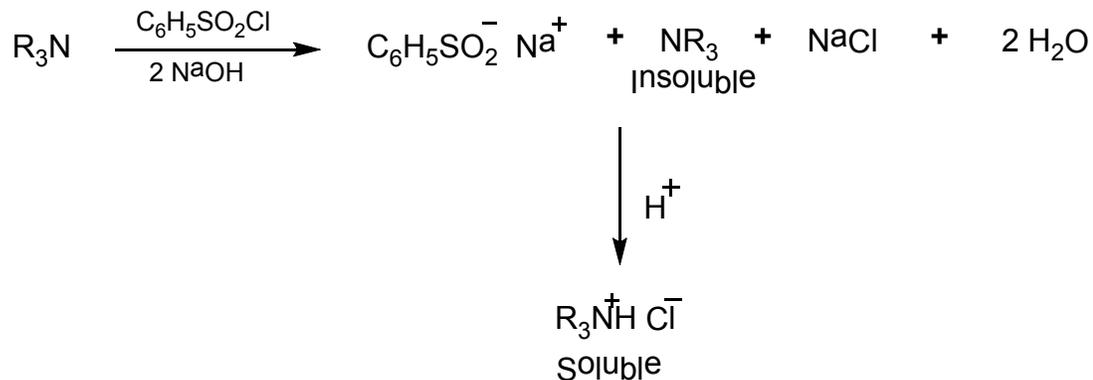
Amina 1ª



Amina 2ª



Amina 3ª



NOTA.

Los compuestos anfóteros dan resultados erróneos. NaHCO_3 (bicarbonato de sodio), NaHSO_4 (bisulfito de sodio), H_2O , N_2O_5 (anhídrido nítrico) y Cl_2O_7 (anhídrido perclórico) son anfóteros (cargas + y -).

Algunas sales de sodio de aminas primarias como las bencenesulfonamidas son insolubles en el reactivo de Hinsberg y pueden aparecer como aminas secundarias.

Algunos clorhidratos de aminas terciarias son insolubles en el ácido clorhídrico al 5.0% y pueden también aparecer como aminas secundarias.

Prueba de Lucas

Objetivo. Esta prueba es útil para identificar alcoholes

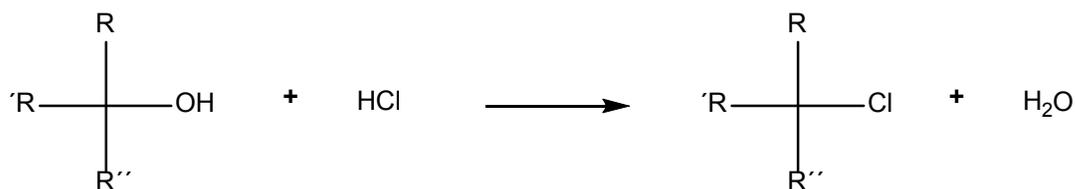
Procedimiento

En un tubo de ensaye, colocar 0.3 mL o 3 mg del compuesto problema, agregar 2.0 mL del reactivo de Lucas a 26 – 27 °C, tapar el tubo y agitar con cuidado; dejar en reposo la mezcla el tiempo requerido para la formación del cloruro alquílico. Registrar el tiempo necesario para que se lleve a cabo la reacción (reloj en mano), se forma una capa o emulsión insoluble arriba o en el seno del líquido.

Reactivo de Lucas: Disolver 13.6 g (0.1 mol) de cloruro de zinc anhidro en 10.5 g (0.1 mol) de ácido clorhídrico concentrado, con enfriamiento.

Prueba positiva

Alcohol



- Alcoholes primarios - ninguna reacción
- Alcoholes secundarios - de 5 a 10 minutos
- Alcoholes terciarios- inmediato o de 2 a 3 minutos

NOTA.

La prueba es válida para alcoholes solubles en el reactivo (alcoholes monofuncionales de peso molecular menor a los de seis carbonos y algunos alcoholes polifuncionales).

Prueba con Nitrato Cérico Amoniactal

Objetivo. Esta prueba es útil para identificar alcoholes y fenoles

Procedimiento. Etapa 1

Para compuestos solubles en agua. En un tubo de ensaye se agrega 1.0 mL del reactivo de nitrato cérico amoniactal, agregar 4 a 5 gotas del compuesto problema líquido o de 0.2-0.3 g de un sólido. Agitar esta mezcla a cuidadosamente y observar si el color amarillo del reactivo cambia al rojo.

Procedimiento. Etapa 2

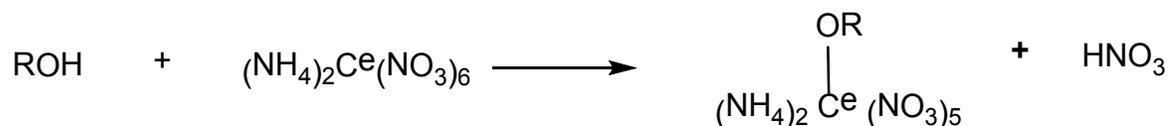
Para compuestos insolubles en agua: En un tubo de ensaye agregar 4.0 mL de dioxano a 2.0 mL del reactivo de nitrato cérico amoniactal. Si aparece un color rojo o si la solución llega a ser descolorida, el dioxano debe ser purificado. Si la mezcla sigue siendo amarillo-naranja puede ser utilizada para probar compuestos insolubles en agua. De la solución separar 3.0 mL de la solución en otro tubo de ensaye, y dejar 3.0 mL como solución "testigo". A uno de estos 3.0 mL del dioxano que contiene el reactivo, agregar 4 o 5 gotas de un compuesto problema líquido o de 0.2-0.3 g de un sólido. Agitar vigorosamente con precaución y observar el resultado.

Reactivo de nitrato cérico amoniactal: en un vaso de precipitados de 100 mL agregar 1.3 mL de ácido nítrico concentrado a 40 mL de agua destilada y en seguida agregar 10.96 g del nitrato cérico amoniactal para disolver formando una solución ácida de color amarillo. Después de que el sólido haya disuelto, diluir a 50 mL.

Prueba positiva

Formación de un compuesto alcoholóxico rojo de cerio (IV) es una prueba positiva. Observar la solución cuidadosamente y comprobar si aparece un color rojo. Si no se observa ningún cambio en 15 min, o al menos una hora se considera como prueba positiva. También notar si las burbujas del dióxido de carbono se liberan. Los fenoles dan un color marrón o se precipitan como prueba positiva.

Alcohol y fenol



NOTA.

Soluciones calientes de Ce (IV) oxida muchos compuestos orgánicos.

Prueba con Ninhidrina

Objetivo. Esta prueba es útil para identificar aminoácidos

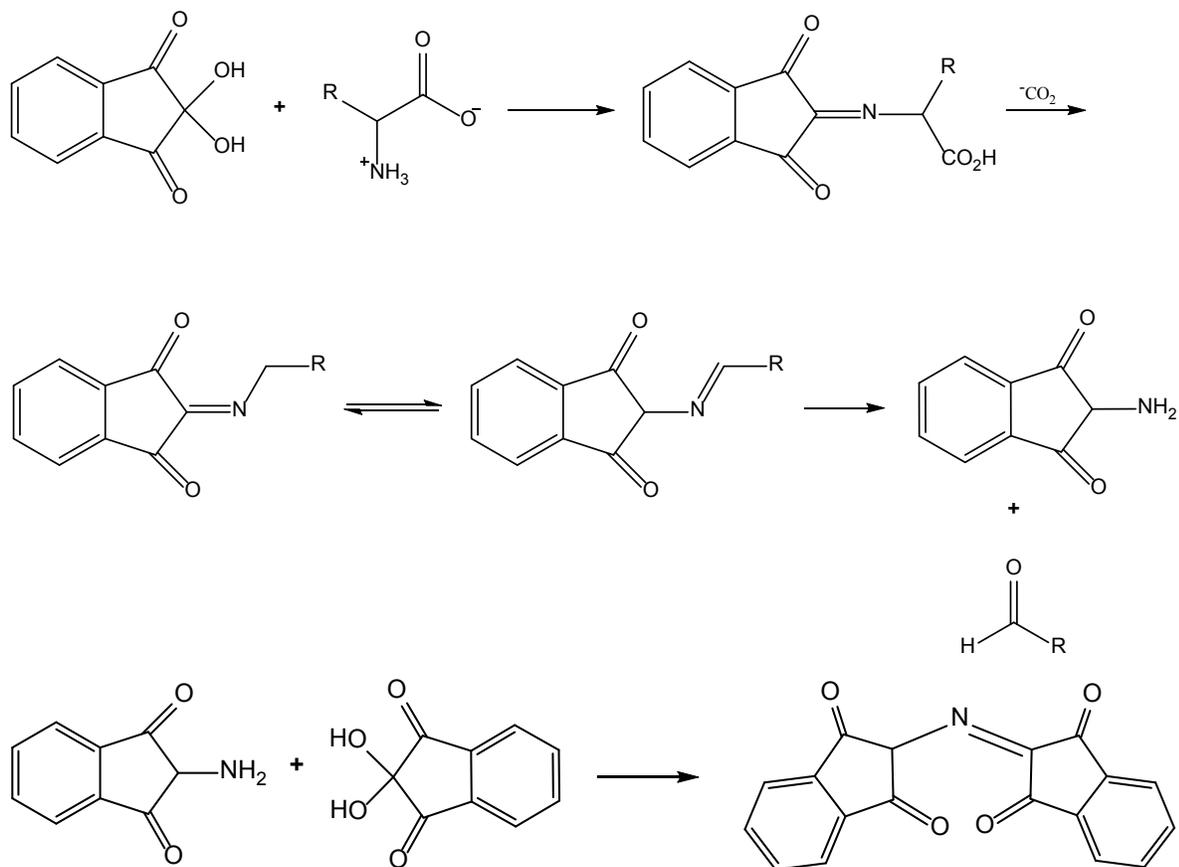
Procedimiento

En un tubo de ensaye agregar cerca de 2 mg del compuesto problema a 1.0 mL de una solución de 0.2 g de ninhidrina (monohidrato de 1, 2, 3-indanotrión) en 50 mL de agua. La mezcla de reacción se calienta a ebullición por 15 a 20 s esta reacción es importante no sólo porque es una prueba cualitativa, sino también porque participa como material absorbente que se puede medir cuantitativamente por un analizador automático de aminoácidos. Esta coloración también se utiliza para detectar la presencia y la posición de aminoácidos después de la separación cromatografía en papel.

Prueba positiva

La formación de un color azul al azul-violeta característico para α -amino ácido es prueba positiva importante.

Aminoácidos



La prolina, la hidroxiprolina, y 2, 3, y 4 ácidos amino benzoicos no pueden dar un color azul sino producir un color amarillo.

Las sales del amonio dan una prueba positiva. Algunas aminas, como la anilina, forman un color naranja como prueba positiva.

Prueba con Nitrato de Plata (Etanólica)

Objetivo. Esta prueba es útil para clasificar los compuestos que forman sales de plata que precipitan en el tubo de ensaye.

Procedimiento

En un tubo de ensaye que contenga 2.0 mL de la solución al 2.0% del nitrato de plata en etanol, agregar 2 gotas o unos cuantos cristales del compuesto problema. Si no se observa ninguna reacción a temperatura ambiente después de 5 min., calentar la solución a ebullición y observar si se forma un precipitado. Si hay un precipitado, observar su color. Enseguida agregar 2 gotas del ácido nítrico al 5.0%, y observar si el precipitado se disuelve. Los haluros de plata son insolubles en ácido nítrico diluido; las sales de plata de ácidos orgánicos son solubles.

Prueba positiva

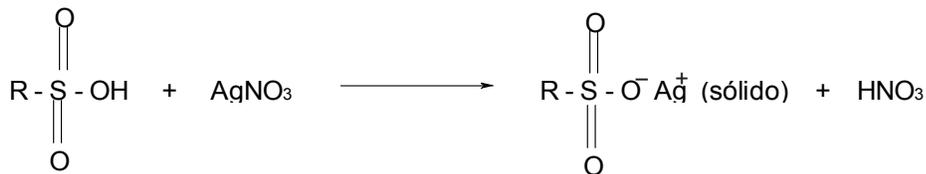
La formación de la sal sólida de halogenuros de plata es una prueba positiva para halogenuros de alquilo.

Halogenuro de alquilo

La formación del carboxilato de plata (sólido) es una prueba positiva para ácidos carboxílicos. Este sólido debe redisolverse en ácido nítrico diluido.

Ácidos carboxílicos

La formación del sulfonato de plata (sólido) es una prueba positiva para cloruros de sulfonilo. Este sólido debe redisolverse en ácido nítrico diluido.

Cloruros de sulfonilo**NOTA.**

Para formar la sal sólida del compuesto problema (halogenuro de alquilo, ácido carboxílico, cloruro de sulfonilo), el tiempo y la temperatura requeridos puede variar considerablemente.

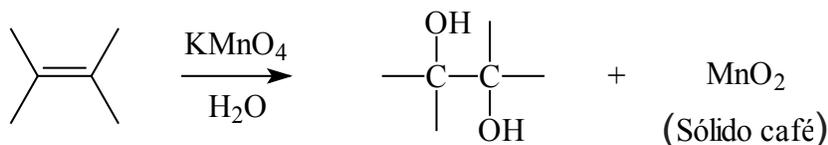
Prueba con Reactivo de Baeyer

Objetivo. Esta prueba es útil para identificar dobles enlaces carbono – carbono en alquenos y que formar dioles.

Procedimiento

En un tubo de ensaye, agregar 2.0 mL de agua o de etanol y adicionar 0.1 g o 0.2 mL del compuesto problema. Enseguida agregar gota a gota una solución acuosa al 2.0% de permanganato de potasio, agitando hasta que persista el color púrpura del permanganato.

Prueba positiva



Cuando desaparece el color púrpura del permanganato de potasio y aparece un color café - marrón.

Alquenos

Complicaciones

Los compuestos insolubles en agua se deben disolver en etanol, metanol, o acetona.

Es posible que el color café - marrón no se forme y la solución de un color café - rojizo.

Los compuestos que se oxidan fácilmente dan prueba positiva, tales como:

- la mayoría de los aldehídos,
- el ácido fórmico y sus ésteres,
- los alcoholes con rastros de impurezas
- los fenoles y las aminas aromáticas
- los mercaptanos y los tioéteres,
- los compuestos carbonílicos que decoloran el bromo en tetracloruro de carbono dan generalmente prueba negativa.

Prueba con el Reactivo de Schiff

(Reactivo del Fuchsina – Aldehído)

Objetivo. Esta prueba es útil para identificar al grupo aldehído

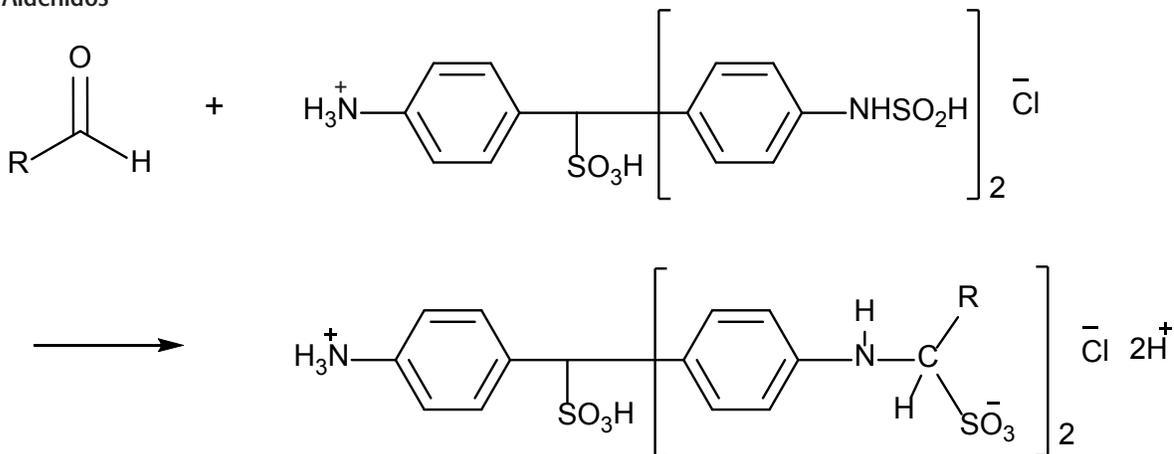
Procedimiento

En un tubo de ensaye, poner 2.0 mL del reactivo de Schiff y agregar 2 gotas o algunos cristales del compuesto problema. Agitar el tubo suavemente, y observar el color que se desarrolla en 3-4 min. Los aldehídos reaccionan con el reactivo de Schiff para formar un complejo que tenga un color púrpura.

Reactivo de Schiff: en un vaso de precipitados de 50 mL, disolver 0.05 g de fuchsina (clorhidrato de 4-rosalina) en 50 mL de agua destilada. Agregar 2.0 mL de solución saturada del bisulfito de sodio para decolorar y estabilizar dejando muy sensible el reactivo. Después de dejar en reposo una hora, enseguida agregar 1.0 mL de ácido clorhídrico concentrado. Dejar en reposo durante la noche antes de su uso.

Prueba positiva

La formación de una solución violeta-púrpura es prueba positiva.

Aldehídos**NOTA.**

En esta prueba el reactivo no debe calentarse y la solución problema no debe ser alcalina. Realizar una prueba simultánea en un aldehído y una cetona conocida para su comparación.

Prueba de Yoduro de Sodio

Objetivo. Esta prueba es útil para clasificar los compuestos que forman sales de halógenos que precipitan en el tubo de ensaye.

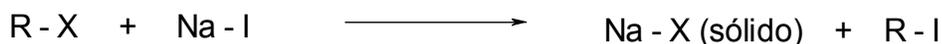
Procedimiento

Adicionar en un tubo de ensaye 1.0 mL de yoduro de sodio y 1.0 mL de acetona, agregar 2 gotas del compuesto problema cuyo análisis elemental mostró la presencia de cloro o bromo. Si el compuesto problema es sólido, pesar 0.1 g y colocarlo en un tubo de ensaye y disolverlo con el menor volumen de acetona, y agregar esta solución al reactivo del tubo de ensaye anterior. Agitar el tubo de ensaye y dejar en reposo a temperatura ambiente por 3 min. Observar si se forma un precipitado y también si la solución da un color rojizo debido al desprendimiento de yodo libre. Si ningún cambio ocurre en la temperatura ambiente, colocar el tubo de ensaye en un baño maría y calentar a 50°C. Después de seis min. enfriar a temperatura ambiente y notar si ha ocurrido alguna reacción.

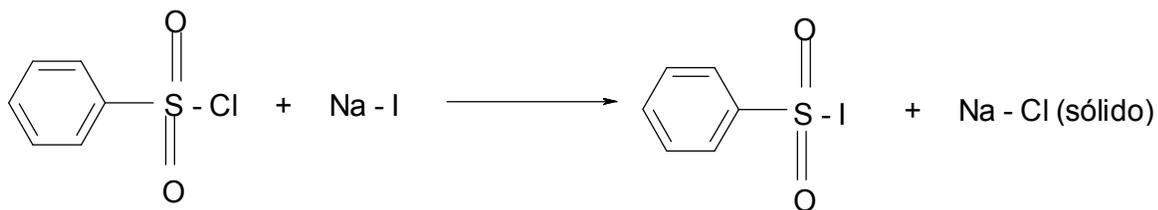
Preparación del reactivo: Yoduro de sodio en de acetona: 1.5 g de yoduro de sodio se disuelven en 10 mL de acetona. La solución toma un color amarillo pálido, guardar en frasco ámbar y descartarla cuando se vuelva café – rojiza.

Prueba positiva

La formación de bromuro de sodio o cloruro de sodio es una prueba positiva para halogenuros de alquilo y cloruros de benzensulfonilo

Halogenuro de alquilo

Cloruro de bencensulfonilo



NOTA.

El calentamiento excesivo puede causar la evaporación de la acetona y la precipitación de sales sólidas que pueden conducir a un resultado falso.

Prueba de Tollens

Objetivo. Esta prueba es útil para identificar al grupo aldehído

Procedimiento

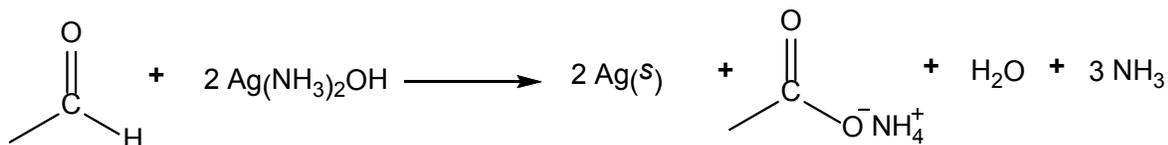
En un tubo de ensaye, agregar una o dos gotas o algunos cristales del compuesto problema al reactivo recién preparado de Tollens. Si no se observa ninguna reacción inmediatamente, puede calentarse suavemente hasta que de la reacción. Si esto no sucede, agregar una gota de NaOH al 10% y repetir el calentamiento.

Reactivo de Tollens: En un tubo de ensaye poner 2 mL de una solución de nitrato de plata al 5.0%, y agregar una gota del hidróxido de sodio al 10%, se agita con precaución apareciendo un precipitado negro. Agregar la solución de hidróxido de amonio al 2.0%, gota a gota, con agitación constante, hasta que el precipitado del óxido de plata se disuelva.

Prueba positiva

La formación de espejo de plata o de precipitado negro es prueba positiva.

Aldehído y carbohidrato



NOTA.

El tubo de prueba debe ser limpio y libre de aceite o grasa para que se vea la película del espejo de plata y pueda ser bien observado.

Los compuestos fácilmente oxidados dan una prueba positiva. Por ejemplo: aminas aromáticas, algunos fenoles, α -alcohóxico y α -dialquil aminocetonas.

Prueba de Yodo

Objetivo. Esta prueba es útil para identificar dobles enlaces carbono – carbono que sufre la adición de una molécula de yodo.

Procedimiento

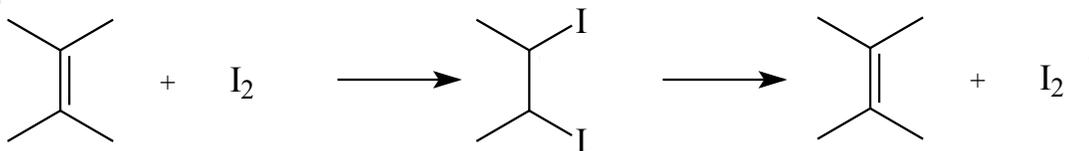
En un tubo de ensaye que contenga 0.5 mL de una solución de yodo en cloruro de metileno, agregar de 2 a 3 gotas o 0.25 g del compuesto problema. Los hidrocarburos insaturados producen un color púrpura de ligero a intenso, mientras retienen el color púrpura de la solución del yodo.

Reactivo de Yodo en la solución del cloruro de metileno: Agregar unos cristales del yodo a 100 mL de cloruro de metileno. Tapar el frasco firmemente.

Prueba positiva

La formación de un color púrpura en la solución es una prueba positiva.

Alquenos



NOTA.

Algunos alcoholes y cetonas dan una prueba positiva.

Algunos compuestos con pares de electrones no apareados o π , forman complejos de transferencia de carga con el yodo que da solución marrón.

Si la solución llega a tener color púrpura entonces se considera la presencia de un éter. Los hidrocarburos aromáticos, saturados, los hidrocarburos fluorados, y los tratados con cloro no reaccionan.

Prueba del Yodoformo

Objetivo. Esta prueba es útil para identificar alcoholes secundarios con un grupo metilo en el carbono uno o metilcetonas.

Procedimiento

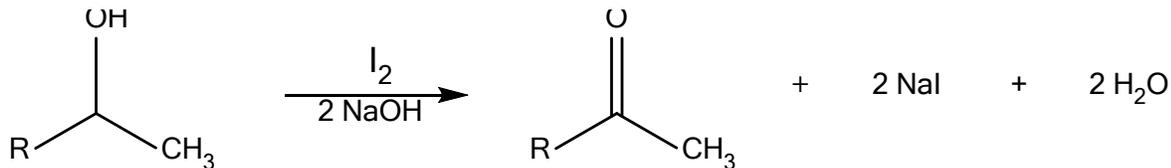
En un tubo de ensaye, agregar cuatro gotas o 20 mg del compuesto problema, agregar 5.0 mL de dioxano para disolver, y agitar hasta que el compuesto se disuelva. Una vez disuelto agregar 1 mL de solución de NaOH al 10.0%, y después adicionar lentamente la solución de yodo-yoduro de potasio con agitación, hasta que un exceso indique un color oscuro leve y definido por el yodo. Calentar la mezcla a 60°C. Continuar la adición de yodo hasta que el color oscuro no se decolore por 2 min. de calentamiento a 60°C. Pasado el tiempo, agregar algunas gotas de la solución del NaOH al 10.0% para decolorar el yodo. Enseguida llenar el tubo de ensaye con agua y dejar en reposo por 15 min. Filtrar el precipitado.

Reactivo de solución de Yodo yoduro de potasio: Agregar 20 g del yoduro de potasio y 10.0g de yodo a 80 mL de agua y agitar hasta que la reacción sea completa.

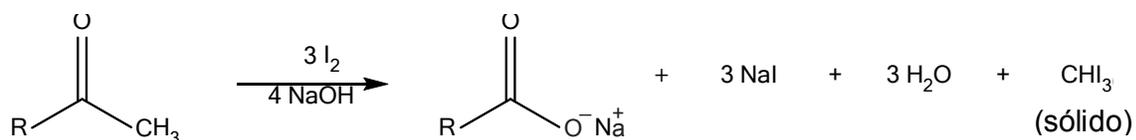
Prueba positiva

La formación de yodoformo (sólido amarillo) es prueba positiva.

Alcohol



Cetona



NOTA.

La prueba no será positiva si el grupo R es un grupo arilo di-orto sustituido.

Reacción de adición de bisulfito del sodio

Objetivo. Esta prueba es útil para identificar aldehídos o acetonas en un medio modificado, agregando etanol al reactivo sobre todo para determinar grupos metilcetonas.

Aldehído y cetona



Procedimiento

En un tubo de ensaye, poner 1.0 mL de reactivo del bisulfito del sodio y agregar 0.3 mL o 30 mg del compuesto problema o desconocido. Tapar el tubo de ensaye y agitar vigorosamente y con precaución.

Reactivo de bisulfito de sodio: Agregar 1.0 mL de etanol a 4.0 mL de una solución acuosa de bisulfito del sodio al 40.0%. Decantar o filtrar la solución antes de usarse.

Prueba positiva

Una prueba positiva es la formación de un precipitado.

Complicaciones

Las cetonas metílicas y arílicas forman el precipitado de lento a rápido.

Reacción con 2,4-Dinitrofenilhidrazina

Objetivo. Esta prueba es útil para identificar al grupo aldehído

Procedimiento

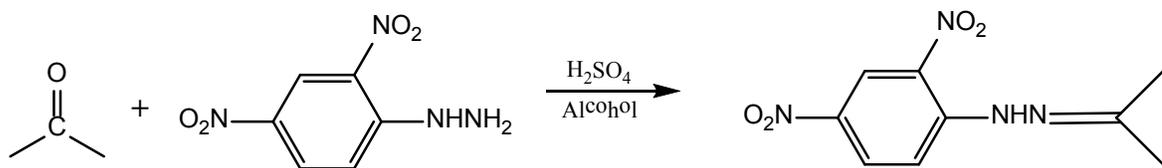
En un tubo de ensaye, agregar a una solución de 1 o 2 gotas o 30 mg del compuesto problema en 2.0 mL de etanol al 95.0% a 3 mL de reactivo de 2,4-dinitrofenilhidracina. Agitar vigorosamente, si no aparece precipitado de forma inmediata, permitir que la solución repose por 15 minutos.

Reactivo de 2,4-dinitrofenilhidrazina: Disolver 3 g de 2,4-dinitrofenilhidrazina en 15 mL de ácido sulfúrico concentrado. Esta solución se agrega con cuidado y con agitación a 20 mL de agua y a 70 mL de etanol del 95.0%. Se mezcla homogéneamente y se filtra.

Prueba positiva

La formación de un precipitado es prueba positiva.

Aldehídos y cetonas



NOTA.

Algunas cetonas presentes en aceites no precipitan.

Algunos alcoholes alílicos son oxidados por el reactivo y convertidos a aldehídos y dan una prueba positiva.

Algunos alcoholes, si no son purificados, pueden contener impurezas de aldehído o cetona.

Reacción de Friedel-Crafts con Cloroformo y Cloruro de Aluminio

Objetivo. Esta prueba es útil para identificar a compuestos aromáticos como el benceno y sus derivados

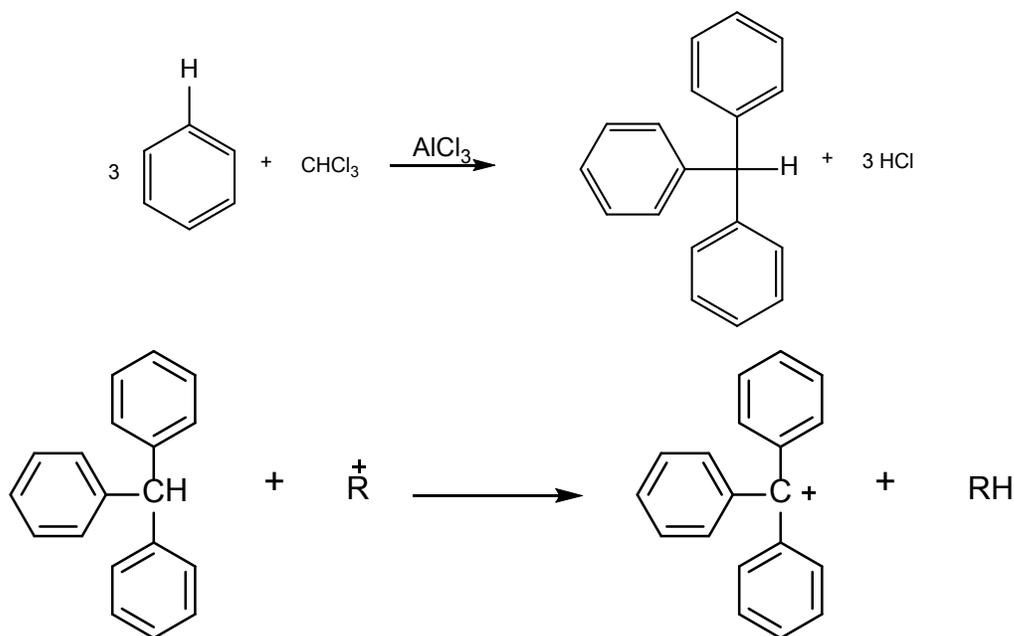
Procedimiento

La prueba corresponde a una reacción de sustitución electrofílica aromática, puede ser de alquilación o acilación. La de esta prueba corresponde a una alquilación del hidrocarburo aromático. Los anillos de benceno pueden alquilarse por reacción con un cloruro de alquilo (cloroformo) en presencia del cloruro de aluminio (ácido de Lewis) como catalizador, obteniéndose como producto un hidrocarburo aromático y un haluro de hidrógeno. Se produce la formación de un derivado del ion triarilmetilo, el cual es el causante de la coloración observada en la prueba.

En un tubo de ensaye seco, agregar 2 mL de cloroformo y adicionar 0.1 mL o 0.1 g del compuesto problema. Agitar muy bien la mezcla, e inclinar el tubo de ensaye para humedecer la pared. Entonces agregar de 0.5 a 1.0 g del cloruro de aluminio anhidro de modo que algo del polvo pegue en la pared del tubo de ensaye. Observar el color del sólido formado, así como el de la solución.

Prueba positiva

La formación de un carbocatión con color (ver tabla) es prueba positiva.



Los colores producidos por la reacción de compuestos aromáticos con cloroformo y el cloruro de aluminio son característicos. Los compuestos alifáticos, que son insolubles en ácido sulfúrico, no dan ningún color o solamente un amarillo claro. Los colores típicos producidos son como se muestra en la siguiente tabla:

Compuesto	Color
Benceno y sus homólogos	Naranja al rojo
Aluros de arilo	Naranja al rojo
Naftalenos	Azul
Difenilos	Purpura
Fenantrenos	Purpura
Antracenos	Verde

NOTA.

Los ésteres aromáticos, las cetonas, las aminas, y otros compuestos que contengan oxígeno o nitrógeno pueden también dar colores azules o verdes.

Reducción con Cloruro de Cinc y Amonio

Objetivo. Esta prueba es útil para reducir compuestos nitro

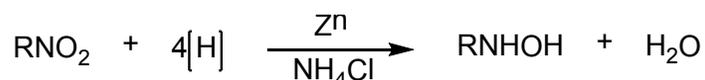
Procedimiento

En un vaso de precipitados de 10 mL disolver 0.2 mL o 0.2 g del compuesto problema en 4.0 mL de etanol al 50.0%, y agregar 0.2 g del cloruro de amonio y 0.2 g del polvo del zinc. Agitar con una varilla de vidrio, y calentar a ebullición. Dejar en reposo 5 min. enseguida filtrar, y probar la actividad del filtrado con el reactivo de Tollens.

Prueba positiva

La formación de un precipitado negro o gris o de un espejo de plata es prueba positiva.

Compuestos nitro



NOTA.

En esta prueba se reduce el compuesto desconocido a una hidrazina, a una hidroxilamina, o a un aminofenol; todos estos compuestos son oxidados por el reactivo de Tollens. Esta prueba no puede ser aplicada si el compuesto original reduce el reactivo de Tollens. Los compuestos alifáticos terciarios y los compuestos nitro aromáticos dan una prueba positiva. Los compuestos nitroso, azoxi, y azo se reducen con el cloruro del cinc y de amonio, con los productos que son oxidados en la prueba de Tollens.

Reacción con Solución de Fehling

Objetivo. Esta prueba es útil para identificar al grupo aldehído

Procedimiento

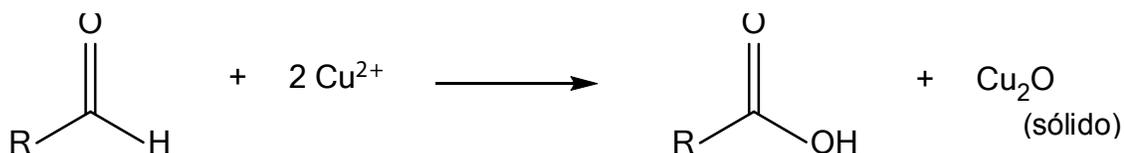
En un tubo de ensaye agregar 5.0 mL de agua y adicionar una solución o a una suspensión de 0.2 o 0.3 mL del compuesto problema mas 5 mL de la solución de Fehling y calentar la mezcla a ebullición. Dejar en reposo la solución hasta temperatura ambiente.

Reactivo de Fehling: en dos vasos de precipitados de 250 mL preparar las soluciones (A) y (B). Solución (A), disolver 17.32 g de sulfato de cobre hidratado en 200 mL de agua y diluirlos a 250 mL. Solución (B), disolver 86.5 g del tartrato de sodio-potasio y 35 g de hidróxido de sodio en 100 mL de agua y diluirlos a 250 mL. Mezclar 2.5 mL de (A+B) antes de usarse.

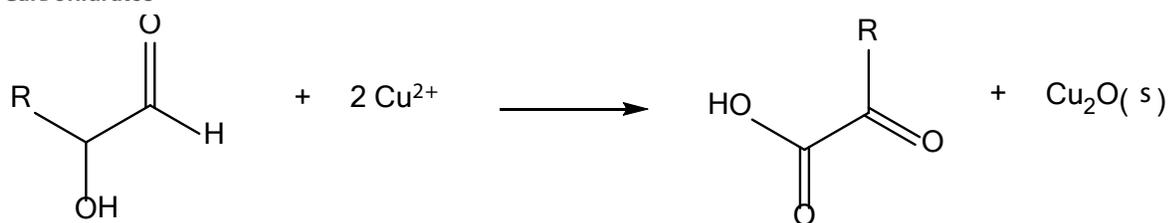
Prueba positiva

La formación de un precipitado rojo, amarillo, o amarillento-verdoso del óxido de cobre (I) es prueba positiva

Aldehídos



Carbohidratos



Reducción con Hidróxido Ferroso

Objetivo. Esta prueba es útil para reducir compuestos nitro

Procedimiento

En un tubo de ensaye, colocar aproximadamente 10 mg del compuesto problema enseguida agregar 1.0 mL del reactivo de sulfato ferroso, y después agregar 0.7 mL del reactivo alcohólico del hidróxido de potasio. Colocar un tubo de vidrio en un tapón de hule con doble orificio e insertarlo en la boca de tubo de modo que alcance la parte inferior del tubo de prueba, enseguida pasar una corriente de gas inerte (nitrógeno, ver figura 24) a través del tubo por 30 s para eliminar el aire. Tapar el tubo rápidamente, y agitar. Observar el color del precipitado después de 1 min.

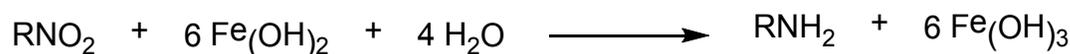
Reactivo del sulfato ferroso: A 100 mL de agua destilada hervida recientemente, agregar 5.0 g de cristales de sulfato ferroso de amoniacal y 0.4 mL del ácido sulfúrico concentrado. Un clavo del hierro se introduce para retardar la oxidación del aire.

Reactivo alcohólico de hidróxido de potasio: Tres gramos de hidróxido de potasio se disuelven en 3 mL de agua destilada, esta solución se agrega a 100 mL de etanol del 95.0%.

Prueba positiva

La formación de un precipitado rojo marrón del hidróxido férrico es prueba positiva.

Compuestos nitro



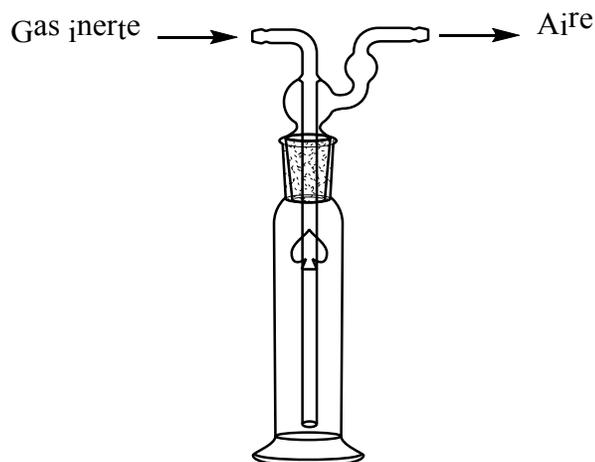
NOTA.

El rojo marrón del precipitado marrón del hidróxido de hierro (III) (hidróxido férrico) es formado por la oxidación del hidróxido de hierro (II) (hidróxido ferroso) por el compuesto nitro, que alternadamente se reduce a la amina primaria.

Una prueba negativa está indicada por un precipitado verdoso. La oxidación en algunos casos parcial puede causar un oscurecimiento del hidróxido ferroso. Prácticamente todo el compuesto nitro da una prueba positiva en 30 s. La velocidad con la cual se reduce el compuesto nitro depende de su solubilidad.

+

Imagen 24: Dispositivo para reacción de reducción con hidróxido ferroso



Reacción de Nitración de Liebermann

Objetivo. Esta prueba es útil para identificar fenoles

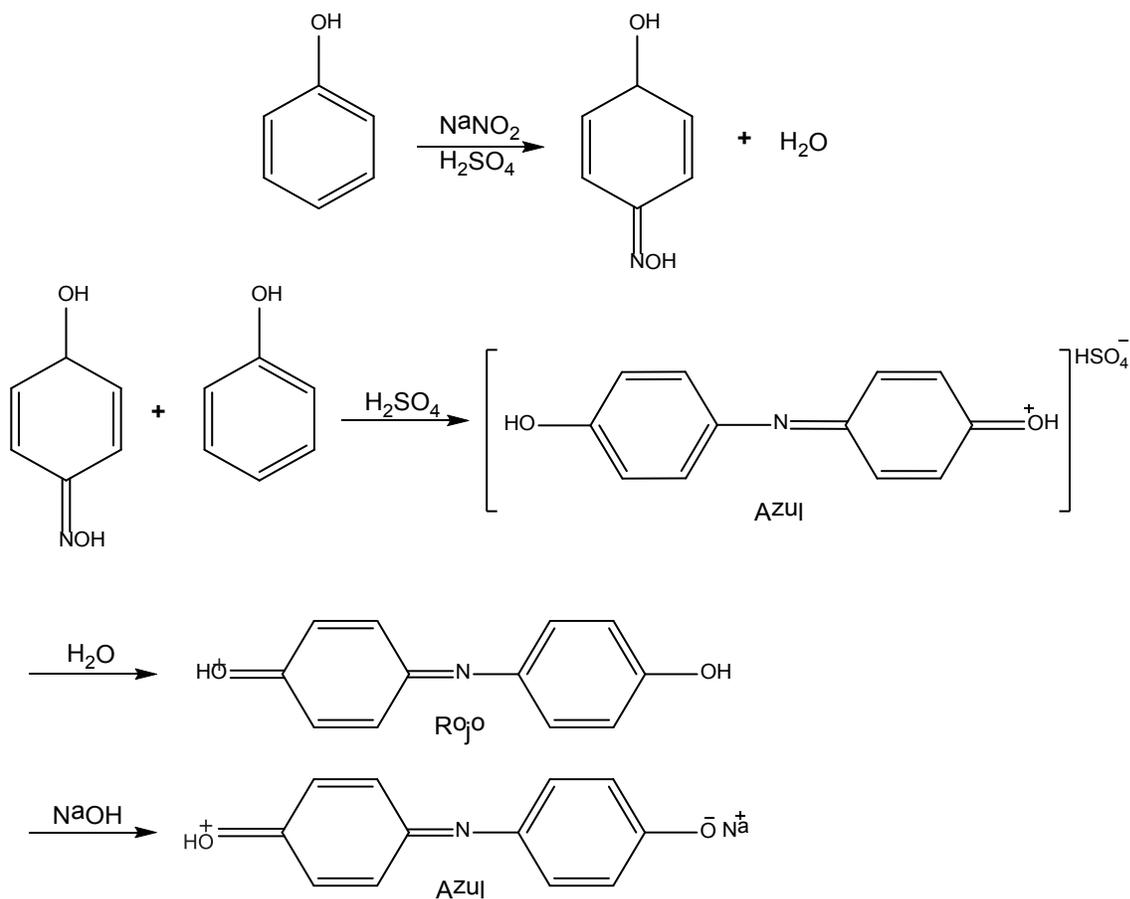
Procedimiento

En un tubo de ensaye, agregar una pequeña muestra de nitrito de sodio a 2 mL de ácido sulfúrico concentrado, y agitar con precaución hasta disolver. Agregar 0.2 g o dos gotas del compuesto problema y observar la reacción.

Prueba positiva

La formación de un color azul indica la presencia de un fenol. Otra prueba es el cambio del color de la solución azul al rojo, cuando se vierte en 20 mL de agua helada, y el retorno del color azul se obtiene cuando se le agrega a la mezcla una solución alcalina de hidróxido de sodio al 10.0%.

Fenol



Reacción de Schotten-Baumann

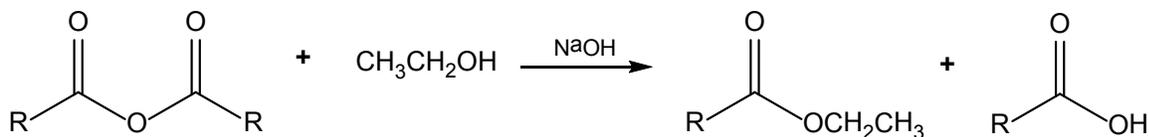
Objetivo. Esta prueba es útil para identificar anhídridos de ácido y ácidos carboxílicos

Procedimiento para anhídridos

En un tubo con tapón de rosca, colocar 0.5 mL de etanol, 1 mL de agua, y 0.2 mL o 0.20 g del compuesto problema. A esta solución agregar en porciones 2 mL de solución de hidróxido de sodio al 20.0% e ir agitando con precaución, al término de la adición tapar el tubo y agitar vigorosamente la mezcla por varios min. y después comprobar la solución con el papel de tornasol de que sigue alcalina. Los anhídridos y los haluros de acilo registran una reacción con alcoholes bajo condiciones básicas para formar los ésteres.

Prueba positiva

La formación de una capa aceitosa encima del agua es una prueba positiva. Los ésteres son insolubles en agua y menos densos y por lo tanto se forma una capa orgánica y una acuosa.

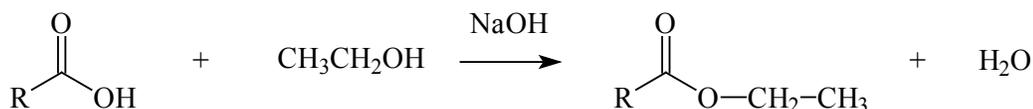


Procedimiento para ácidos carboxílicos

En un tubo de ensaye, se colocan 0.20 g del compuesto problema, 0.40 mL de etanol absoluto y 0.20 mL de ácido sulfúrico concentrado, se agita con cuidado y se calienta sobre un baño María por 2 min. La mezcla se vierte lentamente en una cápsula de porcelana que contiene 2 ml de solución saturada del bicarbonato de sodio. Enseguida se forma una segunda capa. Oler cuidadosamente la mezcla. La presencia de un olor dulce, afrutado indica que el compuesto original era un ácido carboxílico y reaccionó por esterificación.

Prueba positiva

La formación de una capa aceitosa encima del agua es una prueba positiva. Los ésteres son insolubles en agua y menos densos y por lo tanto se forma una capa orgánica y una acuosa. Los ácidos carboxílicos de peso molecular grande producen ésteres inodoros



Reacción con la solución de Benedict

Objetivo. Esta prueba es útil para identificar al grupo aldehído

Procedimiento

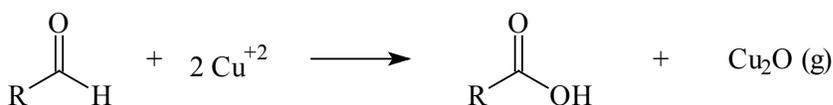
En un tubo de ensaye agregar una 3 gotas o 0.2 g del compuesto problema en 5 mL de agua, adicionar 5 mL de la solución de Benedict. Si no se forma ningún precipitado, calentar la mezcla a la ebullición y enfriar.

Reactivo de solución de Benedict: Una solución de 17.3 g del citrato de sodio y 10.0 g de carbonato sodio anhidro en 80.0 mL de agua se calienta hasta disolución de las sales. Se agrega agua adicional para tener un volumen de 85 mL. En seguida se agrega una solución de 1.73 g de sulfato de cobre hidratado en 10.0 mL de agua se vierte lentamente con agitación en la solución de citrato y de carbonato. Y aforar a 100 mL.

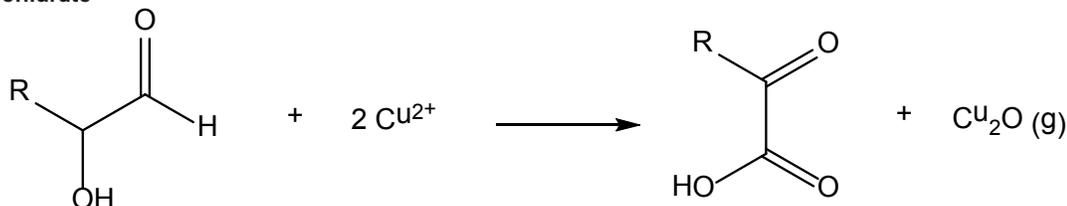
Prueba positiva

La formación de un precipitado de óxido de cobre (I) como un sólido rojo, amarillo, o verde- amarillento es una prueba positiva.

Aldehído



Carbohidrato



NOTA.

No es una prueba general para los aldehídos y las cetonas simples. Los derivados de la hidrazina dan una prueba positiva.

Bibliografía

- Carey, Francis A. **1999**. Química Orgánica. Mc Graw Hill, España, p.p. 556-559.
- David C. Eaton. **1989**. Laboratory. Investigation in Organic Chemistry. McGraw-Hill, Inc. New York, p.p. 709-798.
- Fessenden, Ralph J. **1983**. Química Orgánica. Ed. Iberoamericana. México, p.p. 263-265.
- Fritz, Feigl. Vinzenz Anger. **1978**. Pruebas a la gota en análisis orgánico. Editorial el Manual Moderno, S. A, p.p. 156-414.
- Kenneth L. Williamsom. **1999**. Macroscale and Microscale Organic Experiment. Third Edition. Houghton Mifflin Company Bosto New York, p.p. 742-778.
- Shriner, R. L. Reynold C. Fuson y David Y. Curtin. **2008**. Identificación sistemática de compuestos orgánicos, Editorial Limusa, Noriega Editores, México, D. F, p.p. 123-193.
- García Sanchez, M. A.; **2002**, Manual de prácticas de química orgánica I. Universidad Autónoma Metropolitana, México.
- Polleros, R. Daniel. **2000**. Experimental Organic Chemistry, John Wiley & Sons, Inc., USA.
- Spencer, L. Seager y Michael R. Slabaugh. **2004**. Chemistry for Today: general, organic, and biochemistry. Thomson Brooks/Cole. USA.
- Kyle, J. M. Bishop, Rafal Klajn, Bartosz y A. Grzybowski. **2006**. The Core and Most Useful Molecules in Organic Chemistry (Angewandte Chemie International Edition). Volumen 45, edición 32. USA.

Páginas consultadas

www.chemistry.ccsu.edu/glagovich/default.html

Tema 7

Pruebas de caracterización química para compuestos farmacéuticos. “Problemas prácticos”

Objetivo.

La utilidad de este capítulo es conocer los fármacos, su estructura; seleccionar y aplicar correctamente las pruebas de clasificación de grupos funcionales importantes de éstos compuestos químicos. El conocimiento de las reacciones de identificación de grupos funcionales, permitirá proporcionar al lector una habilidad de selección de dichas reacciones.

Introducción

Un fármaco es toda sustancia química purificada, utilizada en la prevención, diagnóstico, tratamiento, mitigación y cura de una enfermedad, que produce efectos medibles o sensibles en los organismos. Pueden ser sustancias orgánicas creadas por el hombre o producidas por otros organismos y utilizadas por el hombre.

Metodología

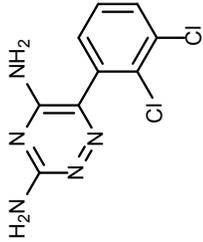
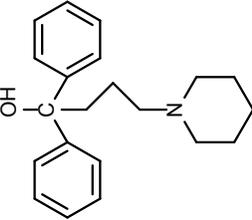
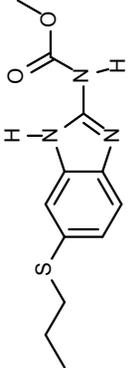
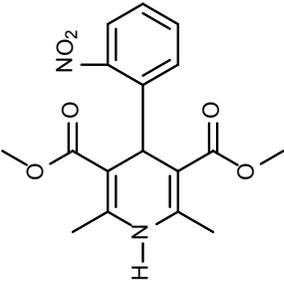
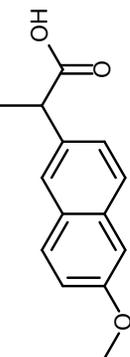
Preparación y toma del compuesto problema

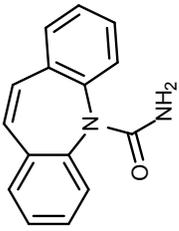
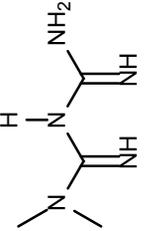
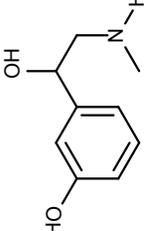
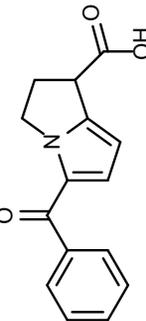
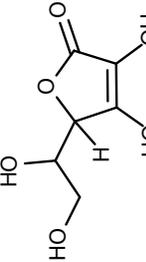
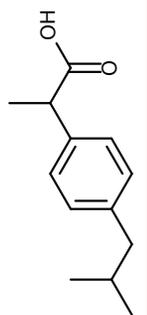
Aunque se especifican las cantidades en cada procedimiento, en términos generales se colocan aproximadamente 0.05 a 0.1 mL (aproximadamente 2 gotas del compuesto líquido) o bien entre 25 a 50 mg del compuesto sólido (punta de espátula). Si la forma farmacéutica es una tableta, es necesario pulverizar con un mortero y pistilo, previamente a tomar la muestra.

Las pruebas a aplicar son las mencionadas en el Tema 6 “Identificación de Grupos Funcionales”. En algunos casos será necesario aplicar el calentamiento suave (Δ), para efectuar la hidrólisis alcalina de algunos compuestos farmacéuticos; preparar una solución fresca de sulfato ferroso amoniacal o efectuar la reacciones con nitrito de sodio al 20% (copulación) en un baño de hielo.

En los siguientes cuadros se muestran las pruebas de caracterización química para compuestos farmacéuticos. Se sugieren algunas de éstas fundamentadas en la práctica y se buscará que se completen otras a juicio del lector, basándose en su estructura química.

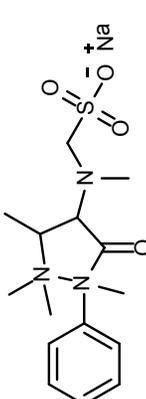
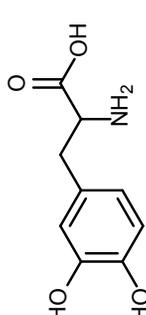
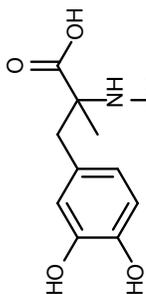
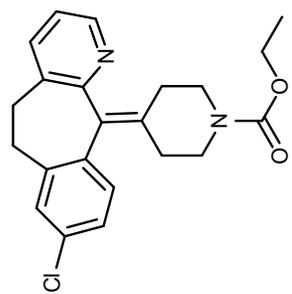
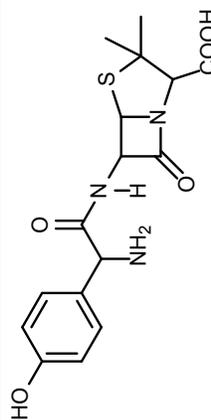
NOMBRE	ESTRUCTURA	PRUEBA SELECCIONADA				
		Copulación	Hinsberg	2,4-DNFH	Tollens	AgNO ₃ (5.0%)
Metoclopramida		Copulación	Hinsberg	2,4-DNFH	Tollens	AgNO ₃ (5.0%)
Ampicilina		Hinsberg	Benedict	NaHSO ₃ (20%)	Lugol	Lucas
Paracetamol		Hinsberg	Lugol	FeCl ₃ (1.0%)	Clorhidrato de Hidroxilamina	Br ₂ / H ₂ O
Acido acetil salicilico		NaHSO ₃ (10.0%)	Hidrólisis NaOH (30%) / Δ			
Ranitidina		Copulación	Fe(NH ₄) ₂ (SO ₄) ₂ (5.0%)	KOH/etanol	Br ₂ / CCl ₄	Permanganato de potasio
Bupropion		Copulación	Cloruro de Bencensulfonilo	2,4-DNFH		

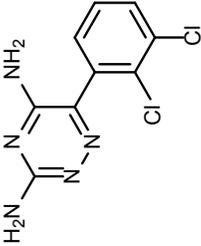
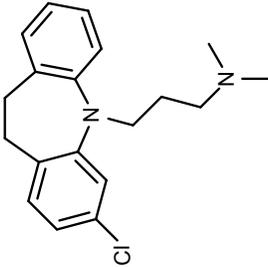
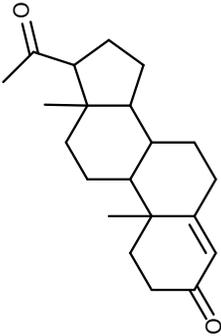
NOMBRE	ESTRUCTURA	PRUEBA SELECCIONADA				
		Copulación	Cloruro de Bencensulfonilo	Benedict	HCl (20.0%)	NaHCO ₃ (10.0%)
Lamotrigina		Copulación	Cloruro de Bencensulfonilo			
Difenidol		2,4-DNFH	NaHSO ₃ (5.0%)			
Albendazol		Hidrólisis NaOH/Δ	Hidroxamato Ferrico	Benedict	HCl (20.0%)	
Nifedipina		Tollens modificado	Hidroxamato Ferrico			
Naproxeno		Br ₂ / H ₂ O	AgNO ₃ / Etano	Hidrólisis NaOH / Δ	HCl (20.0%)	NaHCO ₃ (10.0%)

NOMBRE	ESTRUCTURA	PRUEBA SELECCIONADA				
		Copulación	Benedict	Clorhidrato de Hidroxilamina	$\text{Br}_2 / \text{CCl}_4$	Permanganato de potasio
Carbamazepina		Copulación	Benedict	Clorhidrato de Hidroxilamina	$\text{Br}_2 / \text{H}_2\text{O}$	Permanganato de potasio
Metformina		Clorhidrato de Hidroxilamina	Copulación	$\text{Br}_2 / \text{H}_2\text{O}$	$\text{Br}_2 / \text{CCl}_4$	Clorhidrato de Hidroxilamina
Fenilefrina		Copulación	Copulación	Copulación		
Ketorolaco		NaHCO_3 (10.0%)	AgNO_3 / Etanol	Schotten-Baumann	2,4-DNFH	Clorhidrato de Hidroxilamina
Ácido Ascórbico		AgNO_3 / Etanol	Lucas	NaHCO_3 (10.0%)		
Ibuprofeno		AgNO_3 / Etanol	Lucas	NaHCO_3 (10.0%)	$\text{Br}_2 / \text{H}_2\text{O}$	Schotten-Baumann

NOMBRE	ESTRUCTURA	PRUEBA SELECCIONADA				
		NaOH (30.0%)	Br ₂ /H ₂ O	Benedict	Hinsberg	Copulación
Nimesulida		NaOH (30.0%)	Br ₂ /H ₂ O	Benedict	Hinsberg	Copulación
Pentoxifilina		2,4-DNFH	NaHSO ₃ (10.0 %)	Benedict	Hinsberg	Copulación
Furoseמיד		Hinsberg	Copulación	Clorhidrato de Hidroxilamina	2,4-DNFH	Benedict
Metoprolol		Lucas	Jones	Permanganato de potasio	HCl (20.0%)	Br ₂ /H ₂ O
Diazepam		Clorhidrato de Hidroxilamina	2,4-DNFH	Benedict	NaOH (20.0%)	

NOMBRE	ESTRUCTURA	PRUEBA SELECCIONADA				
		Br ₂ /H ₂ O	HCl (20.0%)	2,4-DNFH	AgNO ₃ /etanol	
Buscapina		Br ₂ /H ₂ O	HCl (20.0%)	2,4-DNFH	AgNO ₃ /etanol	Permanganato de potasio
Diclofenaco		NaHCO ₃ (20.0%)	AgNO ₃ /etanol	Br ₂ /H ₂ O	Copulación	Permanganato de potasio
Loperamida		Hidrólisis NaOH (30%)/Δ	Br ₂ /H ₂ O	Permanganato de potasio	Jones	
Ácido Fólico		NaOH (20.0%)	FeCl ₃ (1.0%)	Copulación	Hinsberg	2,4-DNFH

NOMBRE	ESTRUCTURA	PRUEBA SELECCIONADA				
		2,4-DNFH	AgNO ₃ (5.0%)	Br ₂ / H ₂ O	Hinsberg	Br ₂ / H ₂ O
Dipirona sodica		2,4-DNFH	AgNO ₃ (5.0%)	Br ₂ / H ₂ O		
Levodopa		Hidrólisis NaOH (30.0%) / Δ	Copulación	Hinsberg	Br ₂ / H ₂ O	NaHCO ₃ (20.0%)
Carbidopa		NaOH (20.0%)	Copulación	Hinsberg	Br ₂ / H ₂ O	
Loratadina		AgNO ₃ / etanol	Hidrólisis NaOH (30.0%) / Δ	Br ₂ / H ₂ O		
Amoxicilina		Br ₂ / H ₂ O	FeCl ₃ (1.0%)	2,4-DNFH	AgNO ₃ / etanol	Copulación

NOMBRE	ESTRUCTURA	PRUEBA SELECCIONADA			
		Hinsberg	Copulación	AgNO ₃ /etanol	Br ₂ /H ₂ O
Lamotrigina		Hinsberg	Copulación	AgNO ₃ /etanol	Br ₂ /H ₂ O
Clomipramina		Copulación	AgNO ₃ /etanol	Hinsberg	Br ₂ /H ₂ O
Progesterona		Br ₂ /H ₂ O	Permanganato de potasio		

Bibliografía

- Brewster, R. Q., Vander Werf C. A. y Mc Ewen W. E. **1979**. Curso Práctico de Química Orgánica. 2a. Edición. Madrid.
- Carey, Francis A. **1999**. Química Orgánica. Mc Graw Hill. España p.p.377-379.
- Mc Murry. **2008**. Química orgánica. Internacional Thomson Editores. S.A. de C.V. 7a. edición. México.
- Pavia. D. L., Lampman, G. M. and Kriz G. S. **1976**. Introduction to Organic Laboratory Techniques. W. B. Saunders Co. Philadelphia.
- Shriner, R. L. **2001**. Identificación sistemática de compuestos orgánicos, Limusa Noriega Editores, México, D.F. p.p. 47-49.
- Vogel. A. I. **1962**. A. Textbook of practical organic chemistry. Third Edition Longmans. London
- García Sanchez, M. A. **2002**. Manual de prácticas de química orgánica I. Universidad Autónoma Metropolitana, México.
- Polleros, R. Daniel. **2000**. Experimental organic chemistry, John Wiley & Sons, Inc., USA.

Paginas consultadas

<http://es.scribd.com/doc/54980406/Grupos-Funcionales-en-Medicamentos>

<http://www2.uca.es/grup-invest/corrosion/integrado/p15.pdf>

Tema 8

Determinación estructural en compuestos orgánicos. Problemas teóricos

Objetivo

Utilizar los conceptos aprendidos en los temas anteriores, con el fin de efectuar una dinámica y de criterio para la identificación de la estructura y nombre de diversos compuestos orgánicos.

Introducción

Como parte de la dinámica de resolución, se sugiere que el alumno efectúe un diagrama de flujo obtenido de cada problema, antes de efectuar la búsqueda de los compuestos, para una mejor comprensión global. Las respuestas pueden ser variadas en algunos problemas. Se recomienda usar la nomenclatura IUPAC, para nombrar a los compuestos resultantes, aunque también se puede usar la nomenclatura común.

Reglas generales para la resolución de problemas

La utilización de dichas reglas de manera ordenada, facilitará la resolución de problemas y permitirá una fácil determinación de la estructura de los compuestos que se desean encontrar, por lo que es conveniente aplicar estas reglas a los distintos grupos funcionales de compuestos, que se aplican en este libro. Es imprescindible que el lector tenga una noción global de las reacciones vistas en el tema de "Identificación de Grupos Funcionales" y que sean repasadas en forma continua, incluyendo los fenómenos de solubilidad y el diagrama pertinente.

REGLA 1: Un número impar de un halógeno o nitrógeno, requiere un número impar de átomos de hidrógeno.

REGLA 2: Un número par del halógeno o nitrógeno requiere un número par de átomos de hidrógeno.

REGLA 3: El equivalente de neutralización de un ácido depende del número de grupos carboxilo que haya en la molécula. Si hay solo un grupo carboxilo, el equivalente de neutralización es igual a su peso molecular.

REGLA 4: El equivalente de neutralización de un compuesto ácido:

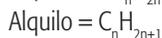
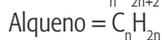
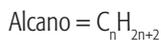
Dibásico es 90 ± 2

Tribásico es 135 ± 3

Tetrabásico es 180 ± 4

REGLA 5: Un éster tiene un equivalente de saponificación de 44, porque es igual al peso molecular de su grupo funcional. El peso deberá incluir otros radicales unidos al grupo funcional.

REGLA 6: La fórmula molecular de los siguientes compuestos es:



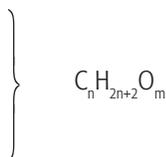
Alcohol

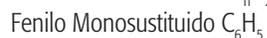
Eter

Acetal

Compuesto acíclico

Acíclico





REGLA 7: Por cada doble enlace tengo menos 2 hidrógenos o un anillo bencénico y por cada triple enlace tengo menos 4 hidrógenos.

REGLA 8: Debo saber si el compuesto es líquido soluble o sólido soluble y predecir si es posible su punto de fusión o ebullición.

REGLA 9: Observar las reacciones para los grupos funcionales pertinentes y plantear las hipótesis y observaciones respectivas, con la finalidad de predecir de que compuesto se trata.

REGLA 10: se puede efectuar la combinación de dos o más reglas durante la determinación de problemas.

Problemas de clasificación de compuestos orgánicos

1. Mencione una prueba de clasificación que pudiera utilizarse para diferenciar los siguientes pares de compuestos (No use puntos de fusión ni de ebullición).
 - a. Terbutanol y butanol
 - b. Etanol y acetona
 - c. Sacarosa y glucosa
 - d. Ciclohexanol y anisol
 - e. Bencilamina y N-metil bencilamina

2. Las observaciones siguientes se efectúan frecuentemente en el laboratorio. Exprese las deducciones que pueden efectuarse sobre la naturaleza del compuesto y proponga a que grupo funcional pertenece el compuesto en cada uno de los incisos.
 - a. Un compuesto neutro, que solo contiene hidrógeno, carbono y oxígeno se convirtió en un ácido por acción de ácido crómico.
 - b. Un compuesto neutro reaccionó con 2,4 dinitrofenil hidracina (2,4-DNFH) produciendo un compuesto azo.
 - c. Un compuesto que solo contiene carbono, hidrógeno y oxígeno reaccionó con cloruro de acetilo, pero no con 2,4 DNFH. El tratamiento con I_2 e NaOH convirtió al compuesto y este último reaccionó con 2,4 DNFH, pero no con cloruro de acetilo.
 - d. Un compuesto que contiene nitrógeno, fue positivo a la prueba del ácido nitroso, y su derivado formado a partir de cloruro de bencensulfonilo fue soluble en HCl.
 - e. Una solución acuosa de un compuesto insoluble en éter, desplaza a reacción acida el papel tornasol.

- f. Un compuesto neutro que contiene nitrógeno se disuelve en solución diluida y caliente de NaOH.
- g. Un compuesto neutro es insoluble en ácido sulfúrico fumante.
- h. Un compuesto soluble en agua dejó un residuo en la prueba de ignición. La solución acuosa de este residuo resultó alcalina al tornasol.
- i. Un compuesto soluble en agua y en bicarbonato al 5.0%, produjo efervescencia con este último reactivo. Además el compuesto original fue soluble en hidróxido de sodio pero en no éter.
- j. Un compuesto que solo es soluble en H_2SO_4 frío, decoloró en reacciones separadas el KMnO_4 y en otra el agua de bromo. Al producto de esta última reacción se le adicionó AgNO_3 etanólico, obteniendo un precipitado de coloración crema.

Problemas estructurales en compuestos orgánicos

Plantea el diagrama, hipótesis y análisis necesario para encontrar las estructuras y nombres de los compuestos.

1. Un compuesto (I) de fórmula $\text{C}_4\text{H}_{10}\text{O}$, reaccionó rápidamente en presencia de cloruro de zinc anhidro y ácido clorhídrico, produciendo un compuesto (II), el cual fue positivo a la prueba de Lassaigne. El compuesto (II), formó un precipitado blanco con nitrato de plata. El tratamiento del compuesto II con yoduro de sodio, formó un compuesto (III) de color marrón en el tubo, con fórmula $\text{C}_4\text{H}_9\text{I}$.
2. Un compuesto (I) reaccionó con cloruro de metilo y tricloruro de aluminio, formando un compuesto (II), el cual no es susceptible a la oxidación con permanganato de potasio, pero sí al reactivo de agua de bromo. Este último paso forma un compuesto (III), que tiene una fórmula condensada $\text{C}_7\text{H}_6\text{OBr}_2$, el cual es insoluble en agua.
3. Un compuesto (I), neutro insoluble en HCl al 10.0%, pero sí en H_2SO_4 al 5.0 %, oxida el sulfato ferroso amoniacal. El compuesto (I) se somete a la prueba de Zeisel, seguido de yoduro de mercurio formando dos compuestos (II) y (III), que son recuperados. Los compuestos fueron probados con el Reactivo de Lucas. El compuesto (II), reaccionó lentamente y el compuesto (III) no reaccionó. Los compuestos fueron probados con yodoformo y reaccionaron, formando los compuestos (IV) y (V), respectivamente, La fórmula correspondiente fue $\text{C}_5\text{H}_6\text{O}$ y $\text{C}_4\text{H}_8\text{O}$. Prediga cuáles son los compuestos I al V.
4. Un compuesto básico (I), reacciona con cloruro de bencensulfonilo e hidróxido de sodio, formando un compuesto insoluble (II), el cual no reacciona con la neutralización con HCl. Dicho compuesto tiene fórmula $\text{C}_{10}\text{H}_{15}\text{SO}_2\text{N}$.
5. Un compuesto líquido (I), que solo fue soluble en H_2SO_4 al 20.0%, produjo un color púrpura cuando se agregó sulfato ferroso amoniacal. El compuesto, también fue probado con ácido yodhídrico y nitrato de mercurio, formando 2 compuestos, (II) y (III). Estos compuestos fueron separados por destilación. El compuesto (II) dio positivo con el reactivo de Jones y el compuesto (III) no reaccionó con esta prueba. Con el reactivo de Lucas el compuesto (II) no reacciona y el compuesto (III) reaccionó casi inmediatamente. El análisis demostró que el compuesto (II) tiene fórmula $\text{C}_{10}\text{H}_{22}\text{O}$ y el compuesto (III) correspondiente a $\text{C}_5\text{H}_{12}\text{O}$.
6. Un compuesto (I) con fórmula condensada C_6H_{12} y que es soluble en H_2SO_4 5.0%, fue probado con KMnO_4 en exceso, lo que decoloró el reactivo y formó dos compuestos, (II) y (III). Una característica del compuesto (III) es que fue soluble en agua y fue precipitado con HCl en exceso; y en presencia de etanol se obtuvo un compuesto (IV) con equivalente de saponificación de 102 ± 1 . A la fase orgánica, donde se encontraba el compuesto (II) se le hicieron dos pruebas. Un tratamiento con ácido crómico que fue negativo y otro con bisulfito lo que originó un compuesto (V), con fórmula molecular $\text{C}_3\text{H}_7\text{O}_4\text{Na}$. Prediga el compuestos son I, II, III, IV y V y de su estructura.

7. Un compuesto (I) reaccionó con NaOH 30.0%, produciendo 2 compuestos (II) y (III). El compuesto (II) en presencia de HCl, formó el compuesto (IV) y cuando a este último compuesto se le trató con etanol y H_2SO_4 concentrado, generó un compuesto V de olor agradable, el cual posee un equivalente de saponificación de 130 ± 1 . Por otro lado el compuesto (III) vió al azul el papel tornasol y en cloruro de benceno sulfonilo no reaccionó, pero al efectuar el análisis se detectaron dos carbonos. El compuesto (III) es formando una sal, cuando se le trata con HCl al 20.0%.
8. Un compuesto (I), líquido insoluble en agua y en H_2SO_4 diluido, pero que si soluble en NaOH al 30.0%, decoloró el Br_2 en tetracloruro de carbono. El compuesto original con reactivo de Jones, produjo un compuesto (II), que en solución se tornó un verde azulado oscuro. Este último compuesto es susceptible a una solución saturada de NaHCO_3 y posee un equivalente de neutralización de 122 ± 1 . El compuesto (II), también fue probado en agua de bromo y produjo dos compuestos similares los cuales con nitrato de plata producen un precipitado amarillo cremoso.
9. Un compuesto (I) soluble en éter y agua, oxidó el nitroferriicianuro de sodio y en la prueba se obtuvo un color púrpura rojizo. La hidrólisis alcalina del compuesto inicial produjo un compuesto II, el cual al agregarle nitrato de plata etanólico produjo un precipitado, mismo que se redisolvió en ácido nítrico. El compuesto originado en esta última reacción tiene un equivalente de neutralización de 116 ± 1 y es muy soluble e agua.
10. Un ácido (A) posee un equivalente de neutralización de 136 ± 1 . Dio pruebas negativas para halógenos, nitrógeno y azufre. No decoloró en frío una solución de KMnO_4 , pero cuando una solución alcalina del compuesto se calentó con este reactivo durante 1 hora y se aciduló, se precipitó un nuevo compuesto (B). Este compuesto tuvo un equivalente de neutralización de 83 ± 1 .
11. Un compuesto con fórmula $\text{C}_5\text{H}_7\text{Br}$, de consistencia líquida y que es insoluble en H_2SO_4 diluido, reaccionó con nitrato de plata etanólico, produciendo un compuesto con fórmula $\text{C}_5\text{H}_7\text{NO}_3$ y un precipitado amarillo.
12. Un compuesto (I), que dio negativo para las pruebas de halógenos, nitrógeno y azufre y metales, tiene un equivalente de neutralización de 45 ± 1 . El compuesto (I) dio positiva la prueba de tornasol y la reacción de Schotten-Bumann produciendo un compuesto (II), con una fórmula condensada $\text{C}_5\text{H}_{10}\text{O}_2$ y un equivalente de neutralización de 45 ± 2 .
13. Un compuesto (I) soluble en bicarbonato al 5.0% y que vió al rojo en papel tornasol, reacciona con nitrato de plata etanólico caliente, produciendo un precipitado color café rojizo, el cual se disolvió en HNO_3 5.0%. Este último compuesto reaccionó con una combinación de Zinc sólido, cloruro de amonio y etanol en condiciones de calentamiento, formando un precipitado gris plateado en el fondo del tubo. El compuesto final tuvo una fórmula $\text{C}_8\text{H}_7\text{O}_3\text{N}$ con un equivalente de neutralización de 165 ± 1 .
14. Un ácido (A) conteniendo solamente C, H, y O tenía un índice de neutralización de 103 ± 1 . Dio una prueba negativa con fenilhidrazina. El tratamiento con el ácido sulfúrico lo convirtió a un nuevo ácido (B), que decoloró soluciones del permanganato y del bromo y tenía un índice de neutralización de 87 ± 1 . El ácido original (A) fue transformado por el hipoyodito a yodoformo y a un nuevo ácido (C), cuyo índice de neutralidad era 52 ± 1 .
15. Un compuesto desconocido que pesaba 6.59 g fue puesto en un aparato de Dumas y vaporizado a 119.3°C para producir un gas cuyo volumen es 1.98 L. El compuesto es soluble en solución de ácido clorhídrico al 5.0%. Cuando se está tratado con cloruro del bencensulfonilo y base, forma un sólido, que permanece después de la acidificación.
16. Un compuesto sólido de característica neutro e insoluble en agua, decolora el agua de bromo y oxida también el sulfato ferroso amoniacal. El compuesto original genera dos fases, una acuosa y otra orgánica en presencia de hidróxido de sodio y calor.

La fase acuosa fue colocada en dos tubos. El en primer tubo se adicionó ácido clorhídrico y se originó un precipitado blanco. En el segundo tubo se añadió ácido sulfúrico, etanol y se calentó, originando un compuesto insoluble en agua con un equivalente de saponificación de 150 ± 1 .

La fase orgánica se sometió por separado a la prueba de Hinsberg y de Copulación. En la primera reacción originó un compuesto soluble en agua. En la segunda reacción un compuesto durazno que tenía una fórmula $C_6H_{13}N_2Cl$.

17. Un compuesto líquido (I), de consistencia viscosa y de olor fuerte se probó con varios reactivos:
- El compuesto original decoloró el bromo en agua formando un compuesto (II), que dio un precipitado amarillo. Este compuesto (II), reaccionó lentamente con cloruro de acetilo y calentamiento originando un compuesto (III), que posee un equivalente de saponificación de 221 ± 1 y fórmula $C_8H_{13}O_2Br$.
 - El compuesto original (I), decoloró el permanganato y con un ligero calentamiento generó un compuesto (IV), que produjo efervescencia con bicarbonato de sodio. Al someterlo (IV) a la reacción de Schotten-Baumann, provocó la separación de fases y un compuesto con un equivalente de saponificación de 220 ± 2 .
18. Un compuesto (I), neutro, insoluble en agua y que dio positiva la prueba de Lassaigne, reaccionó con nitrato de plata etanólico, originando un precipitado amarillo canario y otro compuesto (II), el cual reaccionó con hidróxido ferroso. El compuesto formado en esta última reacción (III, con fórmula $C_8H_{11}N$), fue probado en dos reacciones separadas
- Fue susceptible al cloruro de bencensulfonilo, formando un compuesto soluble en HCl, lo que provoca su insolubilidad.
 - Dicho compuesto (III), formó un precipitado (IV), durazno con ácido nitroso en ácido clorhídrico, con fórmula correspondiente $C_8H_9N_2Cl$. Un compuesto I soluble en ácido sulfúrico diluido, se sometió en una campana de extracción, a la reacción de ácido yodhídrico y acetato de plomo, seguido de nitrato de mercurio; produciendo dos compuestos (II y III), que fueron recuperados por separado a través de un refrigerante. El compuesto II y III (C_6H_6O), se hicieron reaccionar con varios reactivos obteniéndose los siguientes resultados:

Reactivo	Compuesto II	Compuesto III
$ZnCl_2 / HCl$	Negativo	Negativo
CrO_3 / H_2SO_4	Positivo	Negativo
$KMnO_4$	Positivo	Negativo
$FeCl_3 / Piridina$	Negativo	Positivo

El compuesto II en la reacción de Jones produjo coloración verde y un compuesto IV con olor picante, y un equivalente de neutralización de 45 ± 1 . Proporcione la estructura de los compuestos I, II, III, IV y nombre de ellos.

19. Un compuesto insoluble en todo, excepto en H_2SO_4 concentrado en frío, no reacciona con $KMnO_4$, pero sí con Br_2 en H_2O produciendo un compuesto con fórmula $C_6H_{11}BrO$, el cual sí es susceptible al permanganato de potasio, al reactivo de 2,4-dinitrofenil hidracina y con nitrato de plata forma un precipitado amarillo cremoso. Este compuesto ($C_6H_{11}BrO$), reacciona con cloruro de acetilo produciendo un sustancia con rendimiento bajo, insoluble en agua, con fórmula condensada $C_8H_{13}O_2Br$, con equivalente de saponificación de 221 ± 1 .
20. Un compuesto I reacciona mediante la prueba de Zeisel seguido de Yoduro de Mercurio, produciendo dos compuestos que son recuperados y separados. Estos compuestos (II y III), son muy solubles en agua. Los compuestos II (equivalente de neutralización 102 ± 1) y III no son susceptibles al reactivo de Lucas y solo el compuesto III reacciona con reactivo de Jones; produciendo el compuesto IV de olor picoso, el cual tiene un equivalente de neutralización de 46 ± 1 .
21. Un compuesto I, insoluble en todo, menos en ácido sulfúrico; reaccionó con permanganato de potasio produciendo dos compuestos (II y III). Los compuestos II y III fueron probados por separado, con los mismos reactivos, dando negativa

tanto la reacción con óxido crómico/ácido sulfúrico, como con el reactivo de bisulfito de sodio (para ambos compuestos). La reacción de Schotten Baumann, produjo a partir del compuesto II, un compuesto IV y del compuesto III un compuesto V. El compuesto IV ($C_5H_{10}O_2$) tiene un índice de saponificación de 102 ± 1 y el compuesto V ($C_6H_{12}O_2$) tuvo un índice de saponificación de 116 ± 1 .

22. El compuesto I fue ensayado con agua de bromo produciendo un compuesto VI ($C_7H_{15}OBr$), este último se probó con cloruro de zinc en HCl concentrado turbiedad después de 8 min. Proporcione la estructura de los compuestos I, II, III, IV, V y VI y nombre.
23. Un compuesto líquido (I), de aroma agradable, insoluble en agua y que reaccionó con bisulfito de sodio, es susceptible a la reacción de Jones. Al final de esta reacción se formó un compuesto (II) con un equivalente de neutralización de 122 ± 1 . Este último compuesto (II), formó una capa insoluble en agua (III), cuando se trató con etanol, H_2SO_4 y calor. Se determinó un equivalente de saponificación de 150 ± 1 . Determinar la estructura y coloque el nombre de los tres compuestos.

Problemas estructurales sugeridos

Se recomiendan los siguientes problemas del libro "Identificación sistemática de compuestos orgánicos", Shriner R. L., Fuson R. C. y Curtin D. Y. 1966, editorial Limusa S.A., México, capítulo 13, páginas 419-435.

Bibliografía

Carey, Francis A. **1999**. Química orgánica. Mc Graw Hill. España p.p.377-379.

Shriner, R. L. R. C. y Curtin D. Y. **2001**. Identificación sistemática de compuestos orgánicos, Limusa Noriega Editores, México, D.F. p.p. 39-51. capítulo 13, p.p. 419-435.

Vogel, A. I. **1962**. A. Textbook of practical organic chemistry. Third Edition Longmans. London.

Bibliografía adicional

Aunque en el programa no se toca el análisis espectroscópico, se recomienda solicitar el apoyo de algún profesor del Dpto. de Química con estos conocimientos como es el caso de la participación del laboratorio de RMN y RX, con lo cual algunas citas recomendables son las siguientes:

Stuart, B. H. **2004**. Infrared Spectroscopy: Fundamentals and Applications. Wiley. New York.

Friebolin, H. **2005**. and Basic One- and Two-Dimensional NMR Spectroscopy, 4ª ed. Wiley, New York.

Hoffmann, E. and Stroobant, V. **2007**. Mass Spectrometry: Principles and Applications, 3ª ed. Wiley, New York.

McLafferty, F. W. **1993**. Interpretation of Mass Spectra. University Science Books, Hill Valley. California, USA.

Silverstein, R. M. Webster, F. X. and Kiemle, D. **2005**. Spectrometric Identification of Organic Compounds, 7ª ed. Wiley, New York.

Field, L. D. Sternhell, S. and Kalman, J. R. **2008**. Organic Structures from Spectra. 4ª ed. Wiley-VCH, New York.

Una dirección electrónica que puede ser de interés para disponer de problemas resueltos es:

<http://riodb.ibase.aist.go.jp/riohomee.html>

En su defecto, puede utilizarse con el mismo fin el texto de tablas, de:

E. Pretsch, P. Bühlmann. 2005. Determinación estructural de compuestos orgánicos Ed. Masson, Barcelona, España.

Manual de prácticas de laboratorio. Análisis Funcional Orgánico
Se terminó de imprimir en octubre de 2013,
con un tiraje de 200 ejemplares, más sobrantes para reposición.



Casa abierta al tiempo

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA METROPOLITANA

UNIDAD IZTAPALAPA

División de Ciencias Biológicas y de la Salud

Av. San Rafael Atlixco No.186, Col. Vicentina
C.P. 09340, Del. Iztapalapa, México D.F.
Tel.: (01) 58044600