



PRÁCTICA

8

Propiedades de Compuestos Carbonílicos. Identificación de Aldehídos y Cetonas.

I. OBJETIVOS.

- a) Identificar el grupo carbonilo de aldehídos y cetonas.
- b) Distinguir entre un aldehído y una cetona por medio de reacciones características y fáciles de llevarse a cabo en el laboratorio.

II. MATERIAL.

Matraz kitazato con manguera	2	Embudo büchner con alargadera	2
Vaso de precipitados de 150 mL	1	Matraz erlenmeyer de 50 mL	1
Probeta graduada	1	Agitador de vidrio	1
Pinzas para tubo de ensayo	1	Pinza de 3 dedos con nuez	1
Pipeta de 10 mL	1	Embudo de vidrio	1
Resistencia eléctrica	1	Vidrio de reloj	1
Tubos de ensayo	18	Recipiente de peltre	1
Espátula	1	Gradilla	1



III. SUSTANCIAS.

Disol. de 2,4-dinitrofenilhidracina	10 mL	Disol. de AgNO ₃ al 5%	2 mL
Etanol	20 mL	Disol. de NH ₄ OH al 5%	5 mL
Disol. de NaOH al 10%	10 mL	H ₂ SO ₄ conc. (98 %)	5 mL
HNO ₃ conc. (72 %)	5 mL	Dioxano	3 mL
Disol. de ácido crómico	1 mL	Benzaldehído	1 mL
Disol. de yodo/yoduro de potasio	15 mL	Propionaldehído	1 mL
2-Butanona	1 g	Formaldehído	1 mL
Acetona destilada de KMnO ₄	1 mL	Metil isobutil cetona	1 mL
Acetofenona	1 g	Butiraldehído	1 mL

IV. INFORMACIÓN.

El grupo carbonilo en aldehídos y cetonas reacciona con derivados del amoníaco produciendo compuestos sólidos de punto de fusión definido.

El punto de fusión de los derivados de aldehídos y cetonas permite caracterizarlos cualitativamente.

El grupo carbonilo de aldehídos se oxida fácilmente y el de cetonas no se oxida.

Las α -hidroxicetonas, así como los azúcares reductores, reaccionan de manera semejante a los aldehídos.

Las metilcetonas, los metilalcoholes y el acetaldehído dan una reacción positiva en la prueba del haloformo.

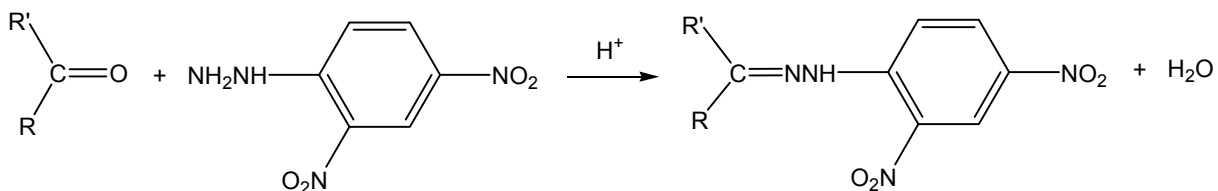


V. PROCEDIMIENTO.

Cada alumno debe elegir para trabajar un aldehído aromático, un aldehído alifático, una cetona aromática y una cetona alifática de entre las muestras patrón que se colocarán en la campana y debe de realizar todas las pruebas a cada sustancia. Posteriormente se recibirá una muestra problema.

a) Reacción de identificación del grupo carbonilo.

Preparación de 2,4-dinitrofenilhidrazonas de aldehídos y cetonas.

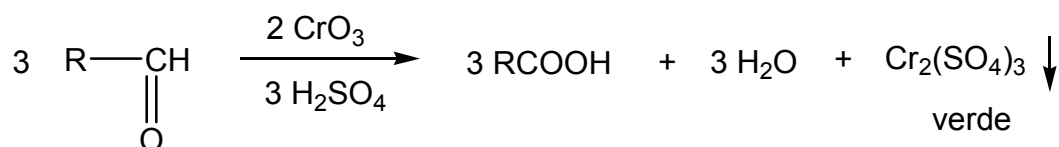


Procedimiento para la reacción de identificación de grupo carbonilo.

Disuelva 0.2 g ó 0.2 mL (4 gotas) del compuesto en 2 mL de etanol, adicione 2 mL de disolución de 2,4-dinitrofenilhidracina y caliente en baño de agua durante 5 minutos, deje enfriar e induzca la cristalización agregando una gota de agua y enfriando sobre hielo. La aparición de un precipitado indica prueba positiva y confirma la presencia de un grupo carbonilo. Filtre el precipitado y recristalice de etanol o etanol-agua. Mida el punto de fusión o descomposición y consulte las tablas de derivados.

b) Ensayo con ácido crómico.

Reacción positiva con aldehídos e hidroxicetonas y negativa para cetonas.





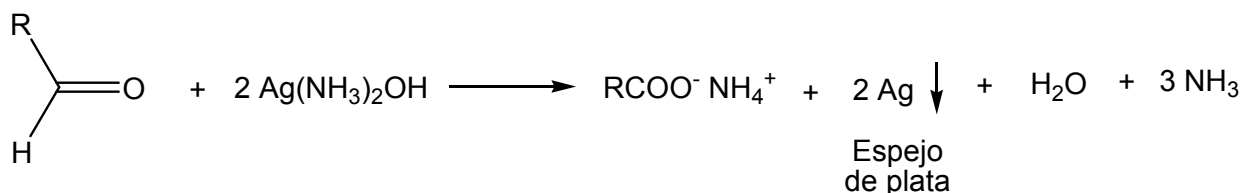
Procedimiento para la reacción de identificación.

Disuelva 3 gotas ó 150 mg de aldehído en 1 mL de acetona (*Nota 1*), añada 0.5 mL de la disolución de ácido crómico recién preparada. Un resultado positivo será indicado por la formación de un precipitado verde o azul de sales cromosas.

Con los aldehídos alifáticos, la disolución se vuelve turbia en 5 segundos y aparece un precipitado verde oscuro en unos 30 segundos. Los aldehídos aromáticos requieren por lo general de 30 a 90 segundos para la formación del precipitado.

c) Reacción de Tollens para identificación de aldehídos.

SE EFECTÚA SOLAMENTE EN CASO DE OBTENER PRUEBA POSITIVA CON ÁCIDO CRÓMICO PARA EVITAR FALSAS POSITIVAS.



Reacción positiva para aldehídos, negativa para cetonas.

Procedimiento para la reacción de identificación.

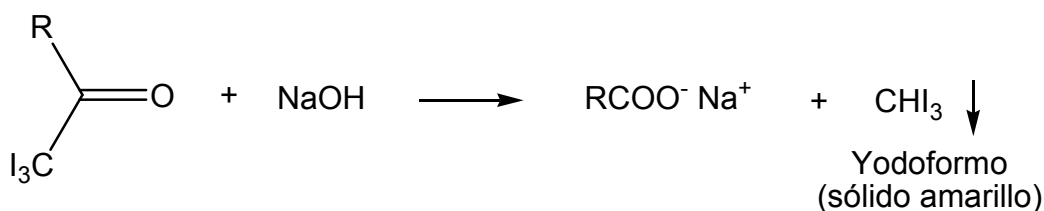
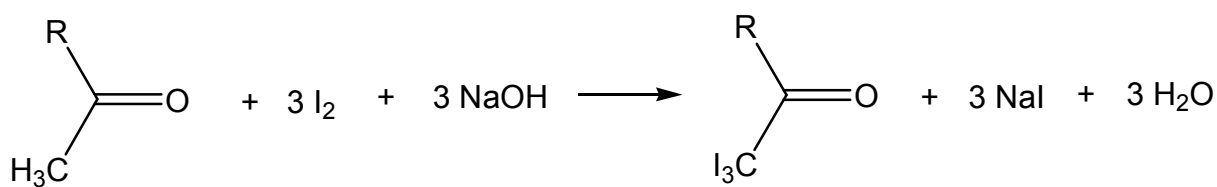
Preparación del reactivo de hidróxido de plata amoniacal.

En un tubo de ensayo limpio coloque 2 gotas de disolución de nitrato de plata al 5%, una a dos gotas de sosa al 10% y, gota a gota con agitación, una disolución de hidróxido de amonio al 5%, justo hasta el punto en que se disuelva el óxido de plata que precipitó, evitando cualquier exceso. Este reactivo debe usarse recién preparado por cada alumno.



Al reactivo recién preparado agregue 0.1 g ó 2 gotas de la sustancia, agite y caliente brevemente en baño de agua. La aparición de un espejo de plata indica prueba positiva. Una vez terminada la prueba, el tubo de ensayo deberá limpiarse con ácido nítrico.

d) Prueba del yodoformo.



Reacción positiva para metilcetonas y alcoholes precursores del tipo estructural R-CH(OH)-CH₃, (R = H, alquilo o arilo). El único aldehído que da prueba positiva es el acetaldehído.

Procedimiento para la reacción de identificación.

En un tubo de ensayo coloque 0.1 g ó 2 a 3 gotas de la muestra, agregue 2 mL de agua y si la muestra no es soluble en ella adicione 3 mL de dioxano. Añada 1 mL de disolución de NaOH al 10% y después agregue, gota a gota y con agitación, de 4 a 5 mL de disolución de yodo-yoduro de potasio justo hasta que el color café oscuro del yodo persista.

Caliente la mezcla en baño de agua durante dos minutos, si durante este tiempo el color café desaparece, agregue unas gotas más de la disolución yodo-yoduro de potasio hasta lograr que el color no desaparezca después de dos minutos de calentamiento.



Decolore la disolución agregando de 3 a 4 gotas de sosa al 10%, diluya con agua hasta casi llenar el tubo. Deje reposar en baño de hielo. La formación de un precipitado amarillo correspondiente al yodoformo indica que la prueba es positiva (*Nota 2*).

Indicaciones de importancia.

1. Es importante que antes de llevar a cabo cada prueba, los tubos de ensayo y el material a emplear estén limpios.
2. Deberá tener cuidado de no contaminar los reactivos al utilizarlos.
3. El alumno deberá usar las cantidades de reactivos y problemas especificados en cada prueba, pues un exceso lo puede llevar a una interpretación falsa.

Notas:

- 1) La acetona que se usa debe ser pura para análisis, o de preferencia acetona que ha sido destilada sobre permanganato de potasio.
- 2) El precipitado se filtra y se le mide el punto de fusión (119 °C) sólo en caso de prueba dudosa.

VI. ANTECEDENTES.

- a) Propiedades físicas, químicas y toxicidad de reactivos y productos.
- b) Formación de derivados para caracterización de aldehídos y cetonas.
- c) Reacciones de identificación de aldehídos.
- d) Reacciones de identificación de cetonas.



VII. CUESTIONARIO.

- 1) ¿Cómo identificó el grupo carbonilo en aldehídos y cetonas?
- 2) Escriba la ecuación química de la reacción que le permitió hacer la identificación del grupo carbonilo en aldehídos y cetonas.
- 3) ¿Cómo diferenció a un aldehído de una cetona?
- 4) Escriba las ecuaciones químicas de las reacciones que le permitieron diferenciar a un aldehído de una cetona.
- 5) ¿En qué consiste la reacción del haloformo y en qué casos se lleva a cabo?
- 6) Escriba la ecuación química de la reacción del haloformo.
- 7) Complete el siguiente cuadro, indicando sus resultados:

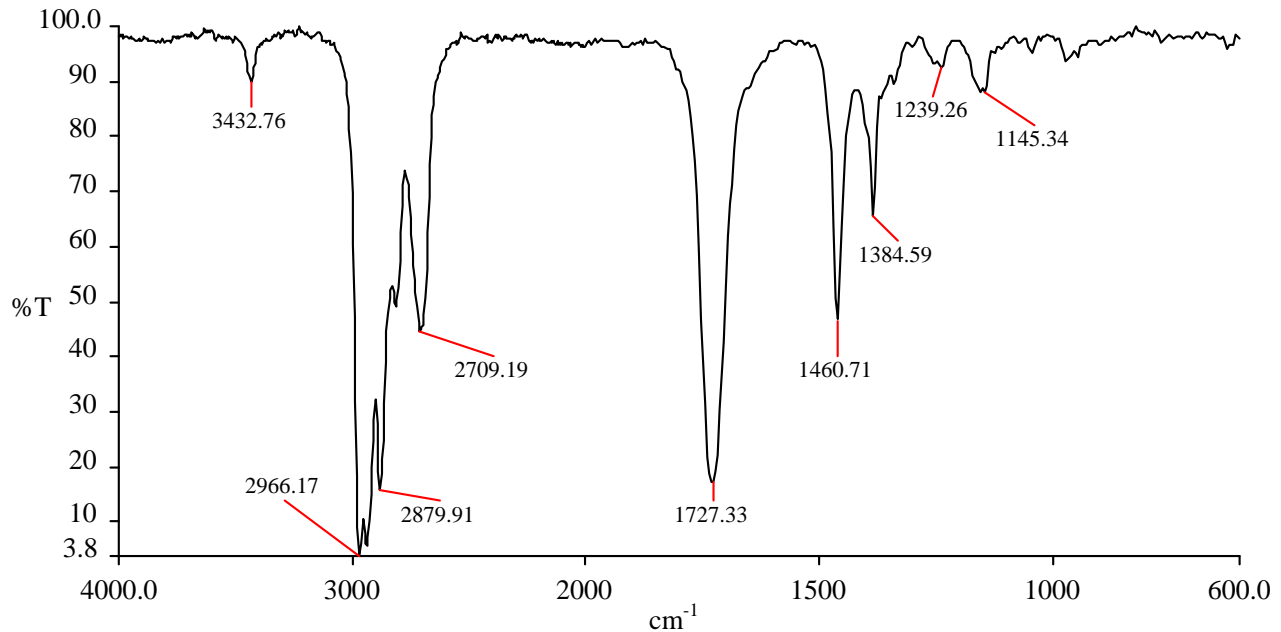
	Reacción con 2,4-dinitro-fenilhidracina	Reacción con ácido crómico	Reacción de Tollens	Reacción del yodoformo
	p. f. del derivado			
Aldehído alifático				
Aldehído aromático				
Cetona alifática				
Cetona aromática				
Problema				

- 8) Asigne las bandas principales presentes en los espectros de IR a los grupos funcionales de reactivos y productos.

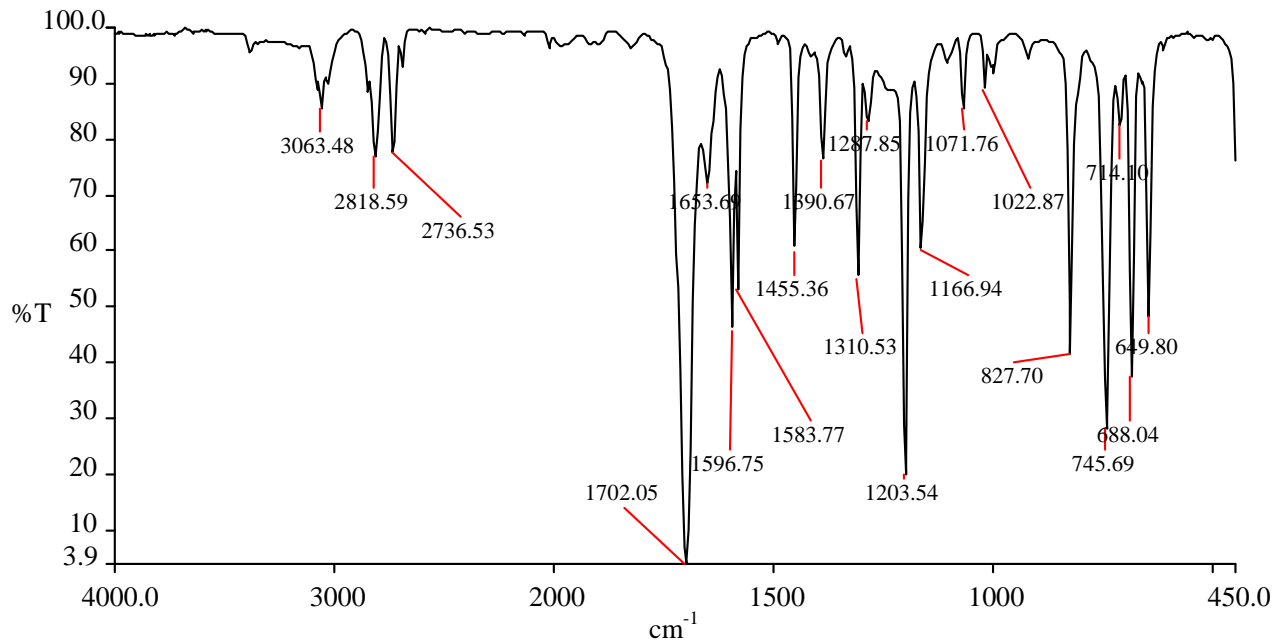


VIII. ESPECTROS DE IR.

a) Espectro de IR del propionaldehído.

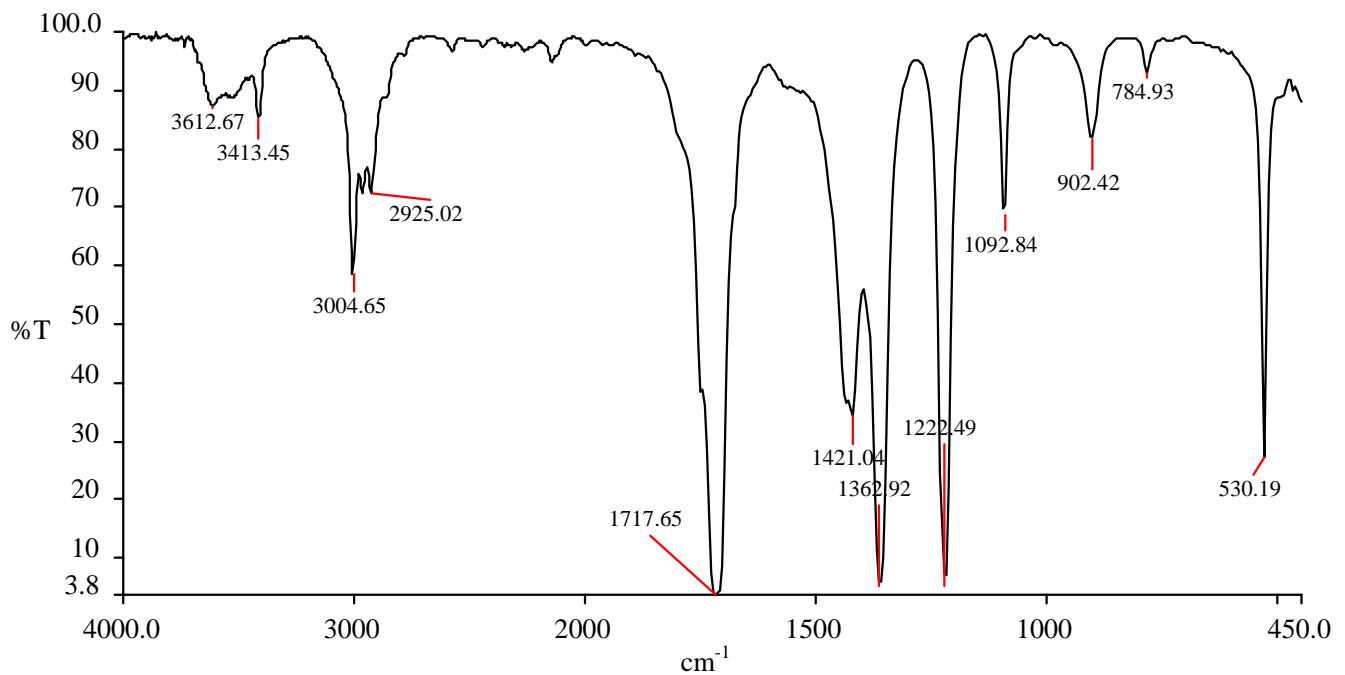


b) Espectro de IR del benzaldehído.

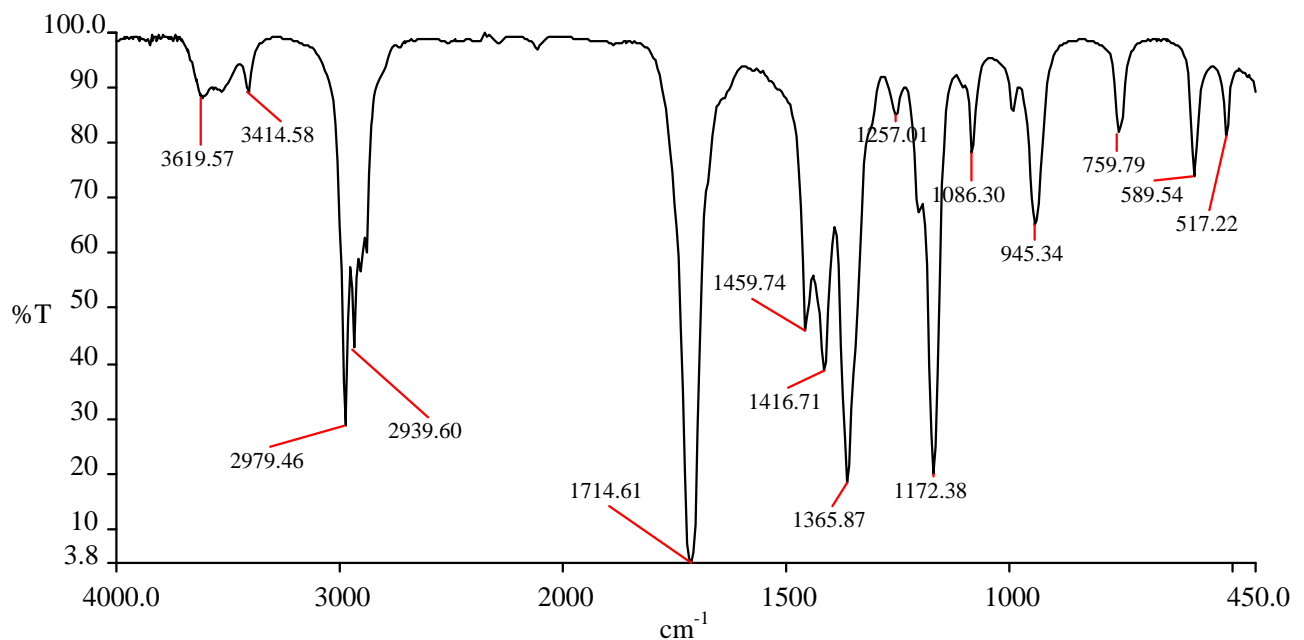




c) Espectro de IR de la acetona.

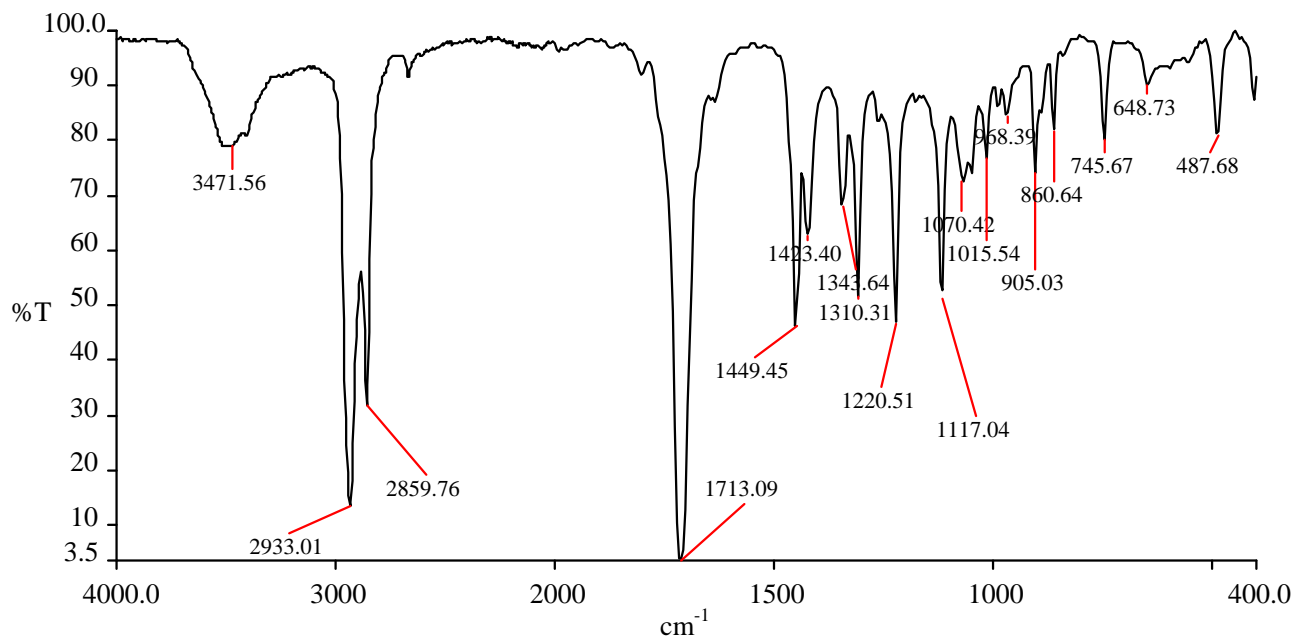


d) Espectro de IR de la 2-butanona.

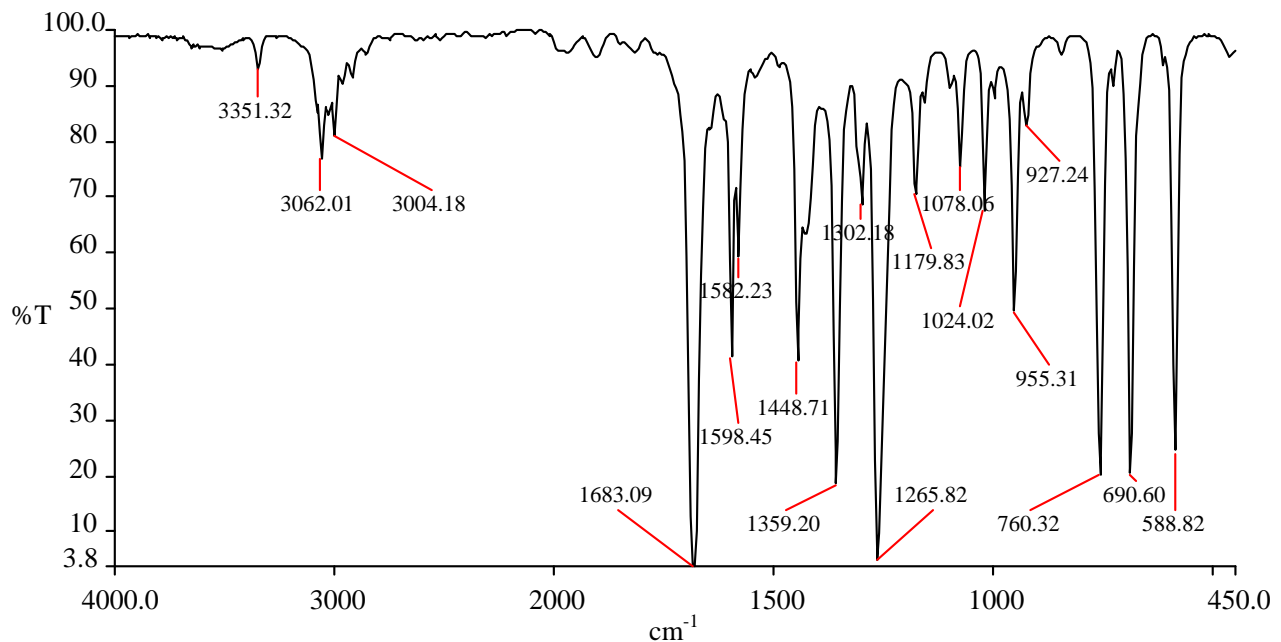




e) Espectro de IR de la ciclohexanona.

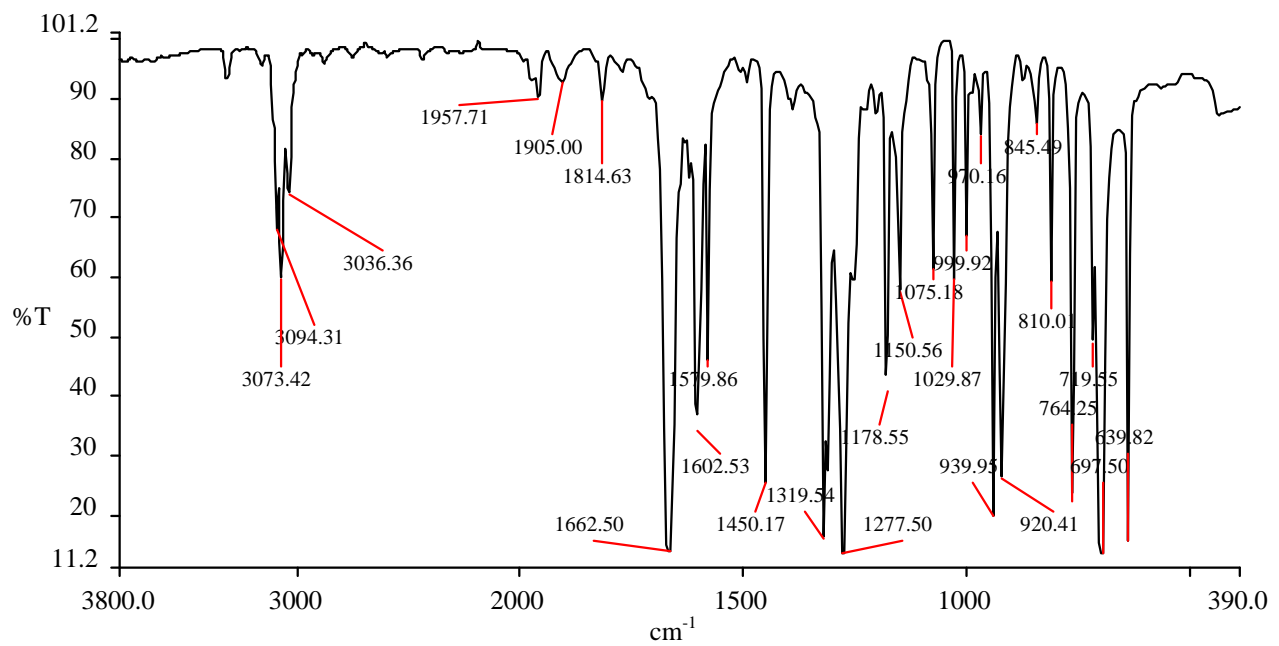


f) Espectro de IR de la acetofenona.

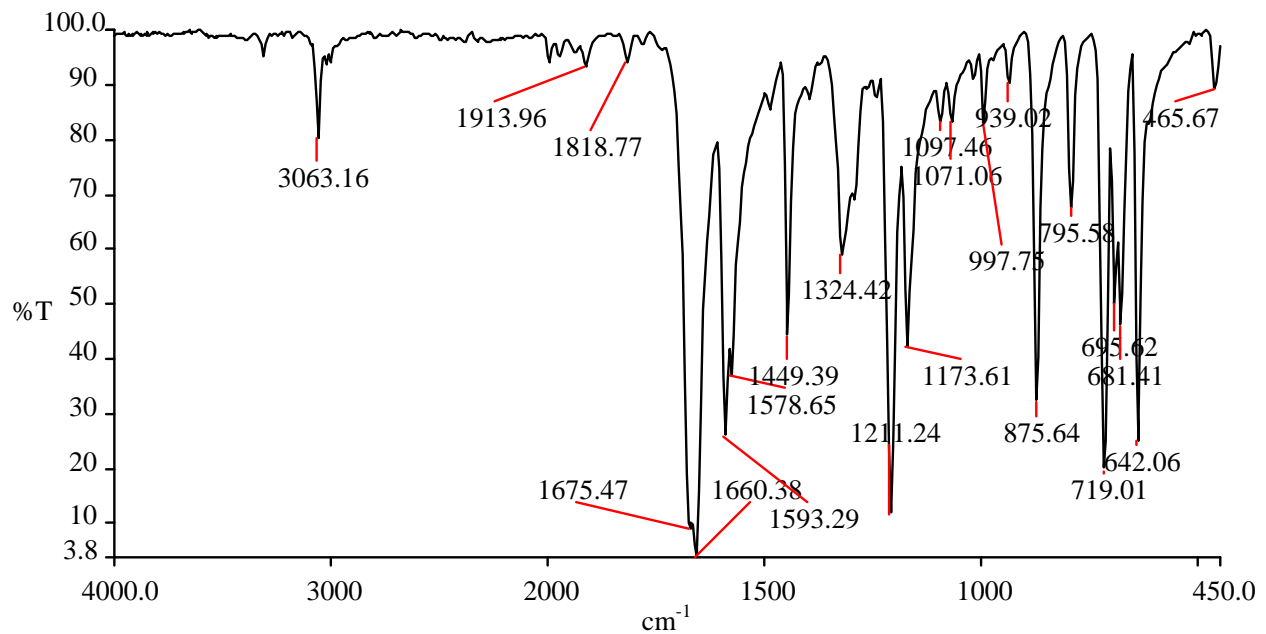




g) Espectro de IR de la benzofenona.



h) Espectro de IR del bencilo.





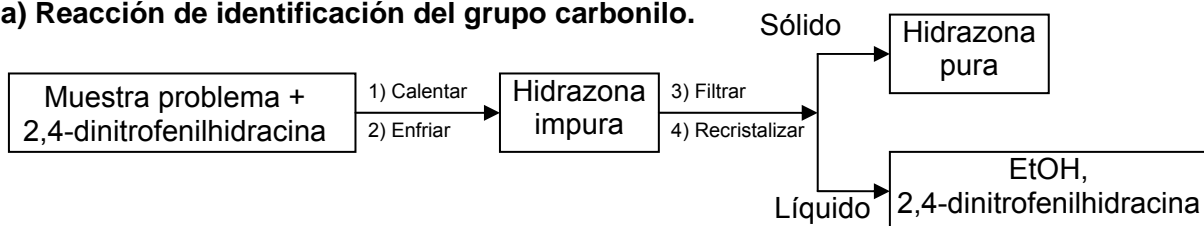
IX. BIBLIOGRAFÍA.

- 1) Vogel, A. I., Vogel's Textbook of Practical Organic Chemistry, John Wiley, New York, 1989.
- 2) Pasto, D. J., Johnson, C. R., Determinación de Estructuras Orgánicas, Reverté, México, 1974.
- 3) Shriner, R. L., Fuson, R. C., Curtin, D. Y., Identificación Sistemática de Compuestos Orgánicos, Limusa, México, 1990.
- 4) Morrison R. T., Boyd, R. N., Química Orgánica, Pearson Educación, México, 1998.
- 5) Allinger, N. L., *et al.*, Química Orgánica, Reverté, Barcelona, 1984.
- 6) Daniels, R., Rush, C. C., Bauer, L., *J. Chem. Ed.* 37, 205, 1960.
- 7) Feigl, F., Anger, V., Pruebas a la Gota en el Análisis Orgánico, El Manual Moderno, México, 1978.
- 8) Lehman, J. W., Operational Organic Chemistry: A Laboratory Course, Allyn & Bacon, Boston, 1988.
- 9) Mohring, J. R., Neckers, D. C., Laboratory Experiments in Organic Chemistry, D. van Nostrand Company, Inc., New York, 1973.



IDENTIFICACIÓN DE ALDEHÍDOS Y CETONAS

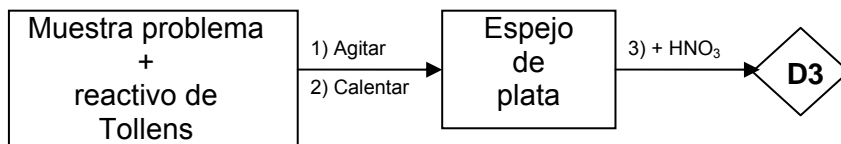
a) Reacción de identificación del grupo carbonilo.



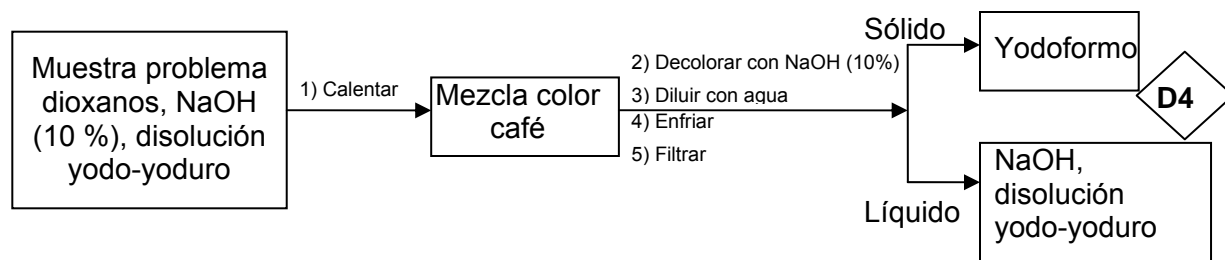
b) Ensayo con ácido crómico.



c) Reacción de Tollens para identificación de aldehídos.



d) Prueba del yodoformo.



D1: Adsorber sobre carbón activado hasta eliminar el color, desechar la disolución por el drenaje. Enviar a incineración el carbón utilizado.

D2: Agregar bisulfito de sodio (s) para pasar todo el Cr(VI) a Cr(III) (Hacer esto en la campana). Precipitar con sosa. Filtrar el precipitado ($\text{Cr}(\text{OH})_3$). Repetir la operación hasta no tener precipitado. La disolución debe neutralizarse para ser deseducada por el drenaje. El hidróxido debe mandarse a confinamiento controlado.

D3: Guardar para posterior recuperación de la plata.

D4: Filtrar el sólido y mandarlo a incineración. Adsorber la disolución sobre carbón activado, neutralizar y desechar por el drenaje. Enviar a incineración el carbón utilizado.

