

PRÁCTICA

6

PROPIEDADES DE LOS 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 llevar a cabo en el laboratorio.

II. MATERIAL

• Matraz erlenmeyer de 50 mL	1	• Büchner con alargadera	1
• Vaso de precipitados de 150 mL	1	• Agitador de vidrio	1
• Probeta graduada	1	• Matraz kitazato con manguera	1
• Pinza de 3 dedos con nuez	1	• Pinzas para tubo de ensayo	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-Dinitro-fenilhidrazina	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.	5 mL
• HNO ₃ conc.	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	• Acetofenona	1 g

IV. INFORMACIÓN

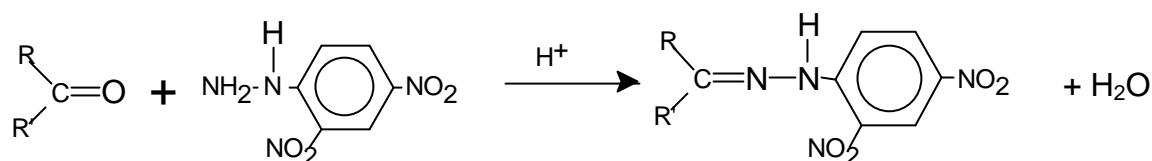
- El grupo carbonilo en aldehídos y cetonas reacciona con derivados del amoniaco produciendo compuestos sólidos de punto de fusión definido.
- El punto de fusión de los derivados de aldehídos y cetonas permite caracterizarlos cualitativamente.
- El grupo carbonilo de aldehídos se oxida fácilmente y el de las 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. PROCEDIMIENTOS

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.

- Reacción de identificación del grupo carbonilo.

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

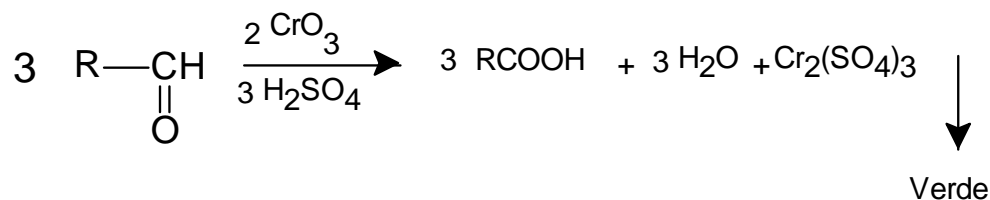


Procedimiento para la reacción de identificación de grupo carbonilo.

Disuelva 0.2 g ó 0.2 mL (4 gotas) del compuesto en 2 mL de etanol, adicione 2 mL de la disolución de 2,4-dinitrofenilhidrazina 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. Determine 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.



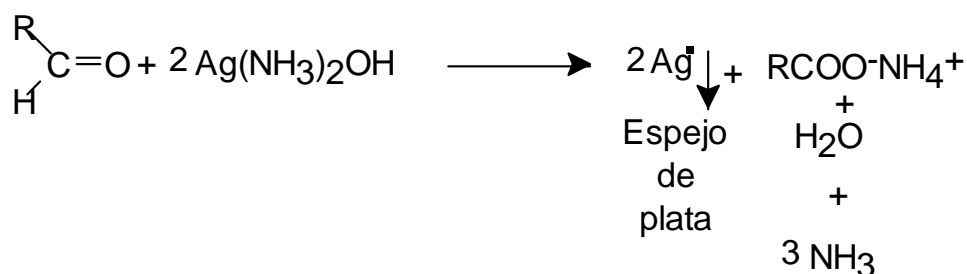
Procedimiento para la reacción de identificación.

Disuelva 3 gotas ó 150 mg del 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 ENCASO DE OBTENER PRUEBA POSITIVA CON ÁCIDO CRÓMICO PARA EVITAR PRUEBAS FALSAS O POSITIVAS ERRONEAS.



Reacción positiva para aldehídos, negativa para cetonas.

Procedimiento para la reacción de identificación.

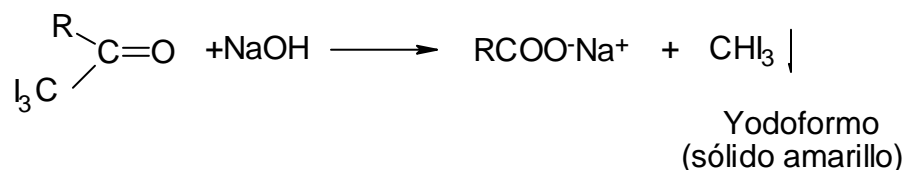
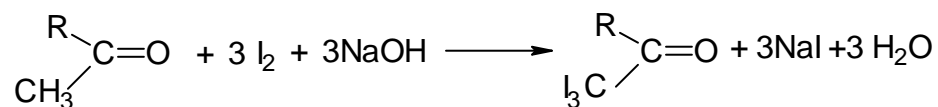
Preparación del reactivo de hidróxido de plata amoniacal.

Este reactivo debe usarse recién preparado por cada alumno.

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.

Al reactivo recién preparado agregue 0.1 g ó 2 gotas de la sustancia, agite y caliente en baño de agua brevemente. 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 la disolución de NaOH al 10% y después agregue gota a gota (4 a 5 mL) y con agitación, una 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 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 ensaye 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 filtrará y se determinará punto de fusión (119 °C) sólo en caso de prueba dudosa.

VI. ANTECEDENTES

- 1) Propiedades físicas, químicas y toxicidad de reactivos y productos.
- 2) Formación de derivados para caracterización de aldehídos y cetonas.
- 3) Reacciones de identificación de aldehídos.
- 4) Reacciones de identificación de cetonas.

VII. CUESTIONARIO

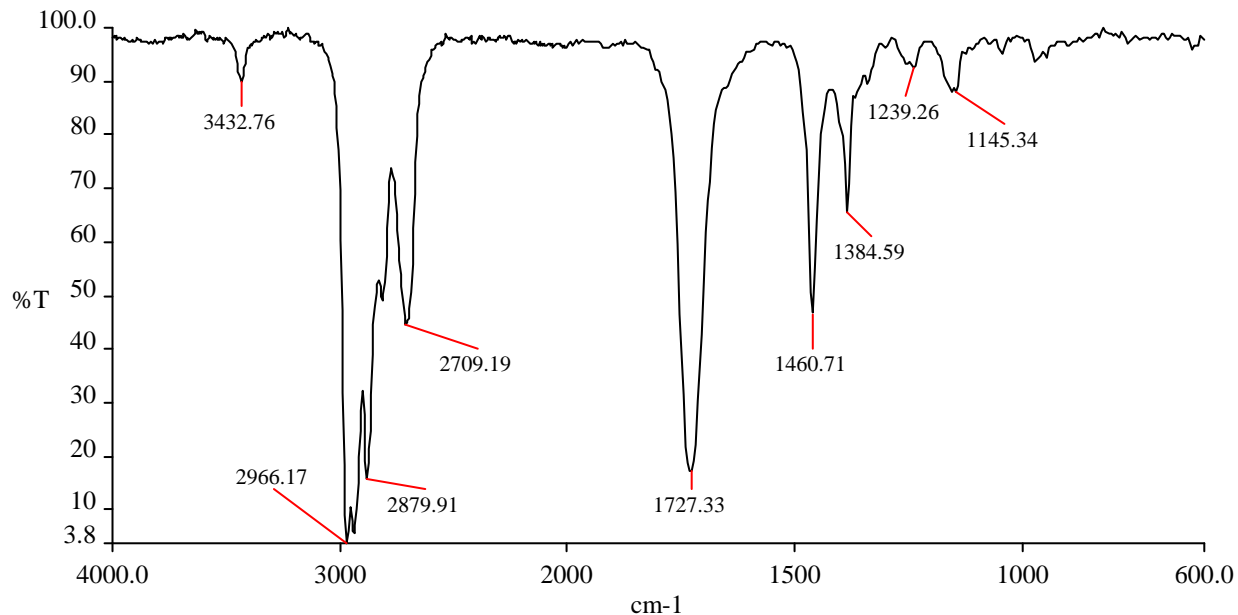
- 1) ¿Cómo identificó el grupo carbonilo en aldehídos y cetonas?
- 2) Escriba la reacción que permitió hacer dicha identificación.
- 3) ¿Cómo diferenció a un aldehído de una cetona?
- 4) Escriba la (o las) reacción(es) que le permitieron diferenciar uno de otro.
- 5) ¿En qué consiste la reacción del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

	Reacción con 2,4-dinitro-fenilhidrazina	Reacción con ácido crómico	Reacción de Tollens	Reacción del Yodoformo
	pf del derivado			
Aldehído Alifático				
Aldehído Aromático				
Cetona Alifática				
Cetona Aromática				
Problema				

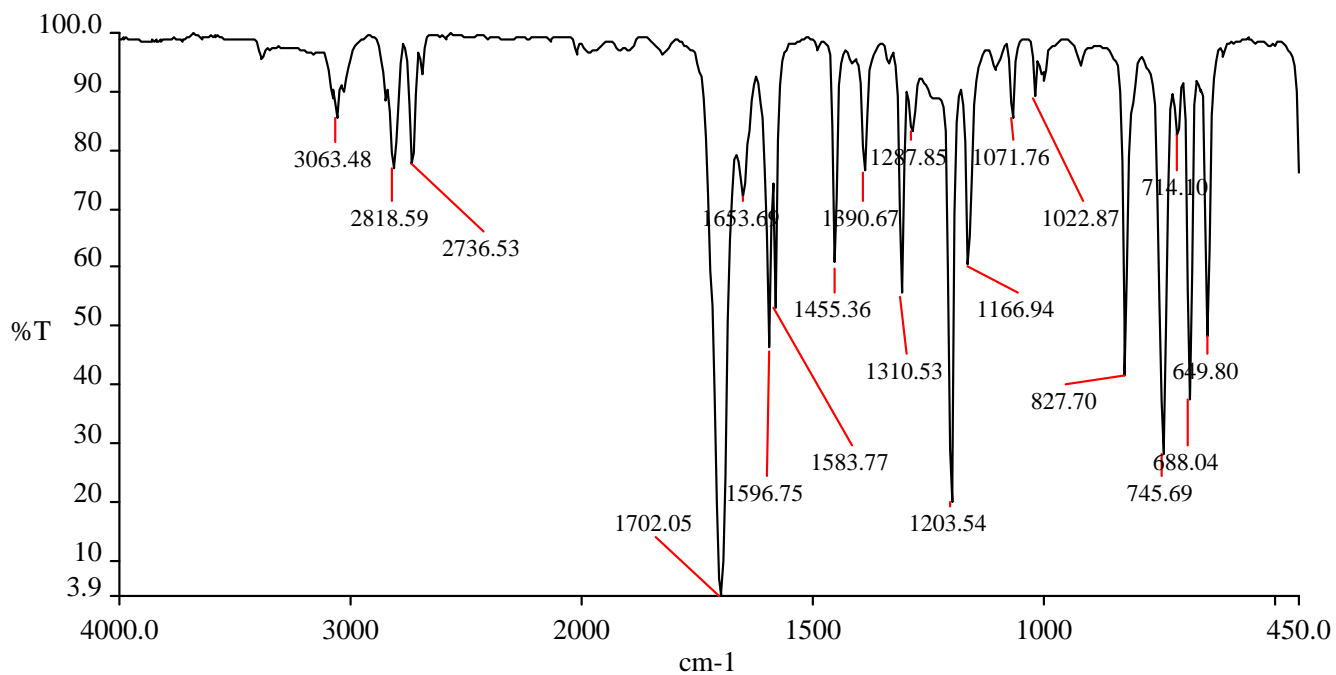
- 8) Asigne las bandas principales a los grupos funcionales presentes en los espectros de IR de reactivos y productos.

Espectros de IR.

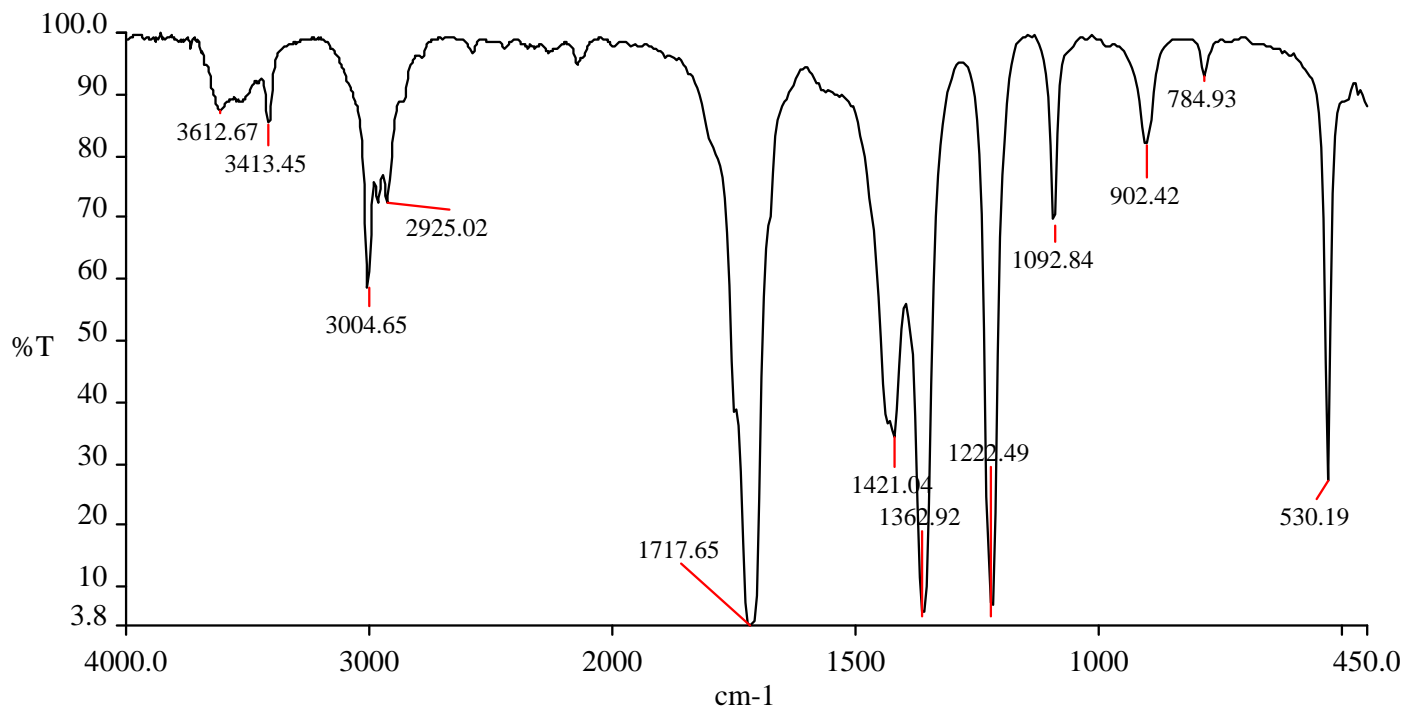
a) Propionaldehído



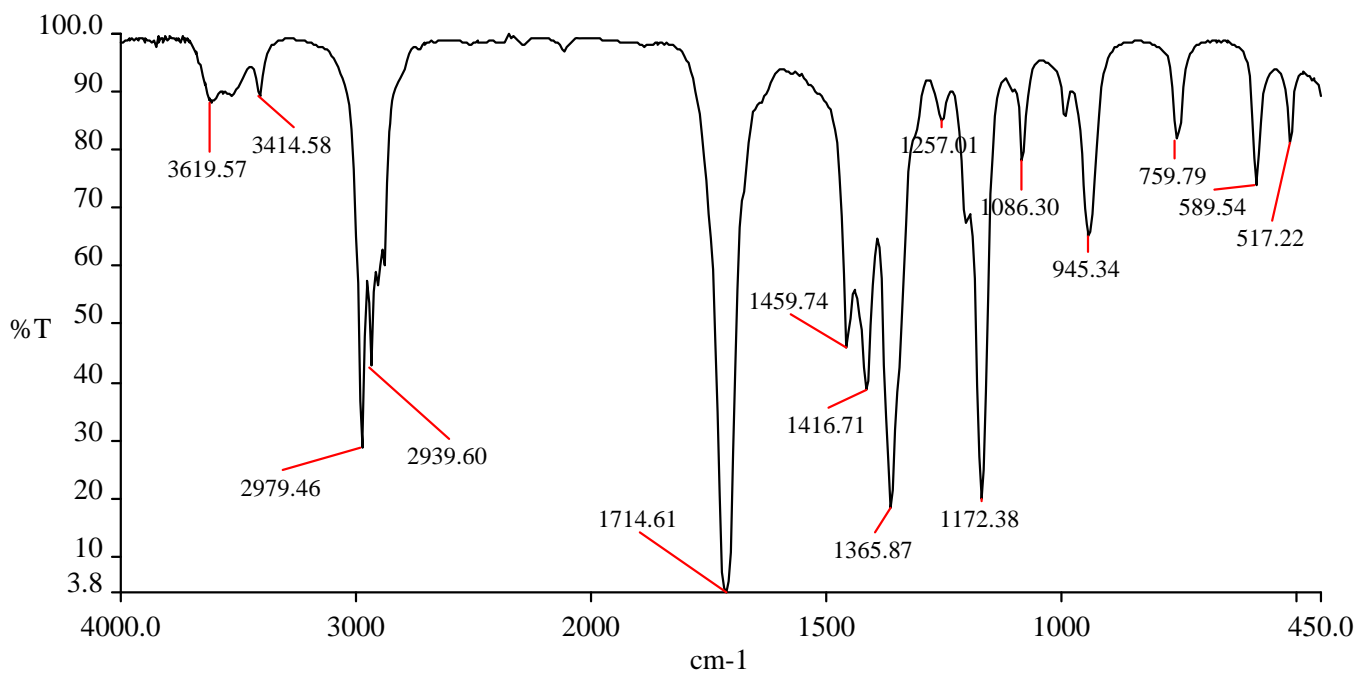
b) Benzaldehído



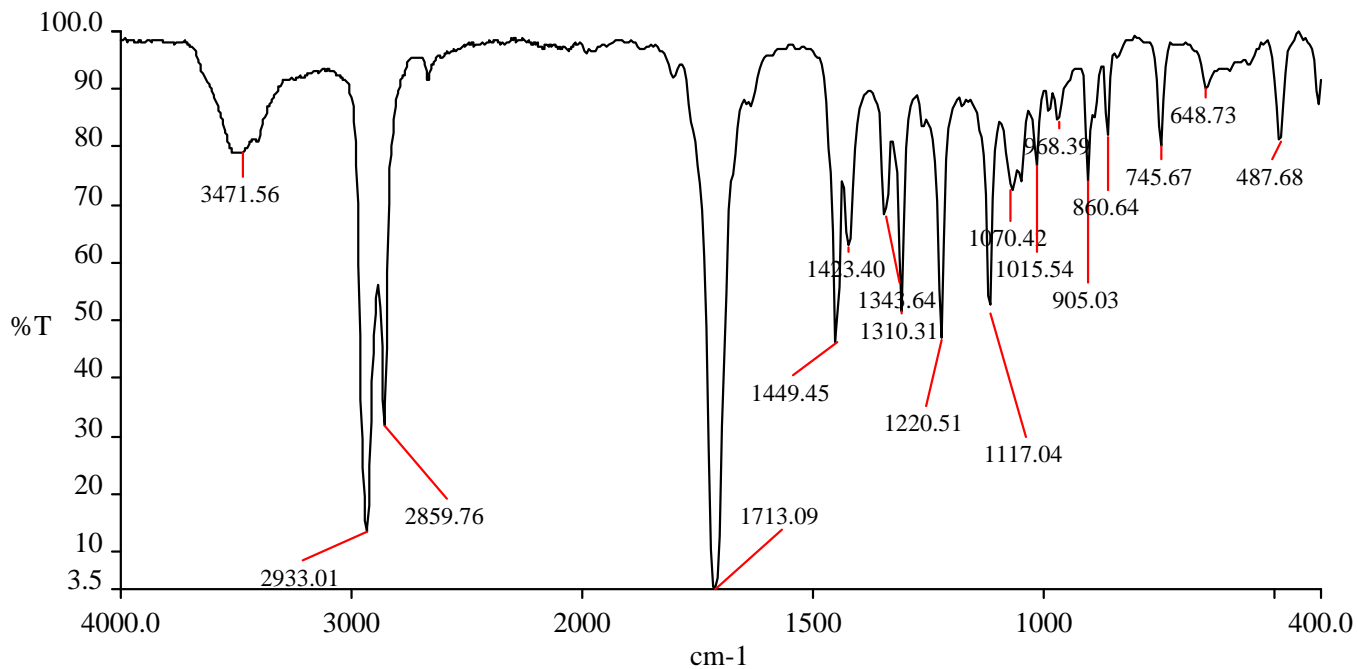
c) Acetona



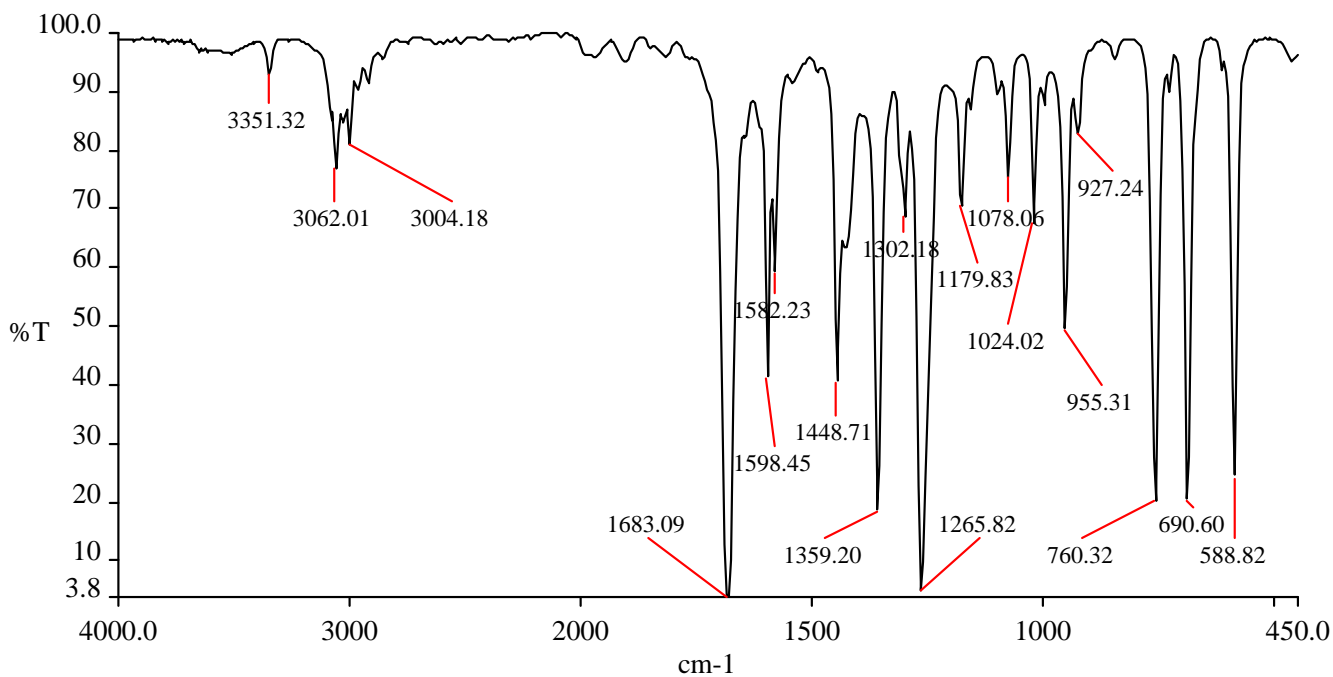
d) 2-Butanona



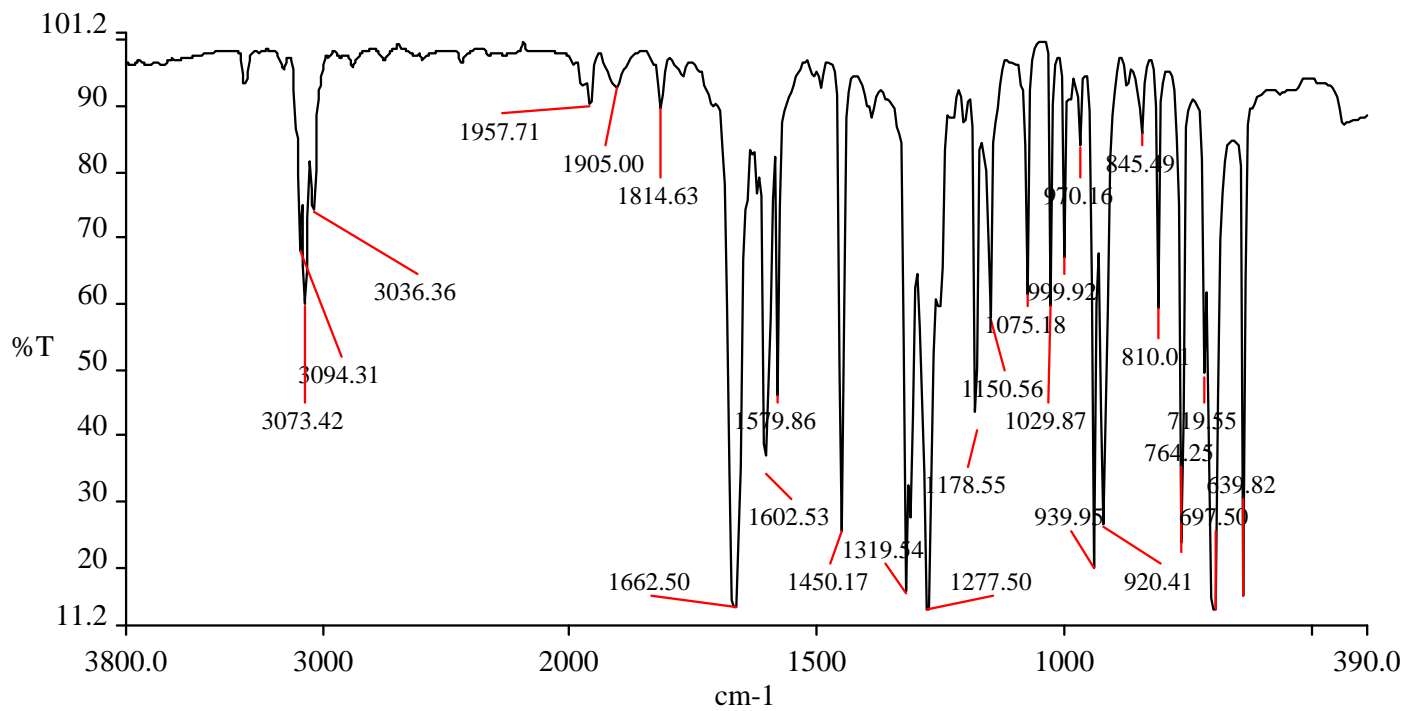
e) Ciclohexanona



f) Acetofenona

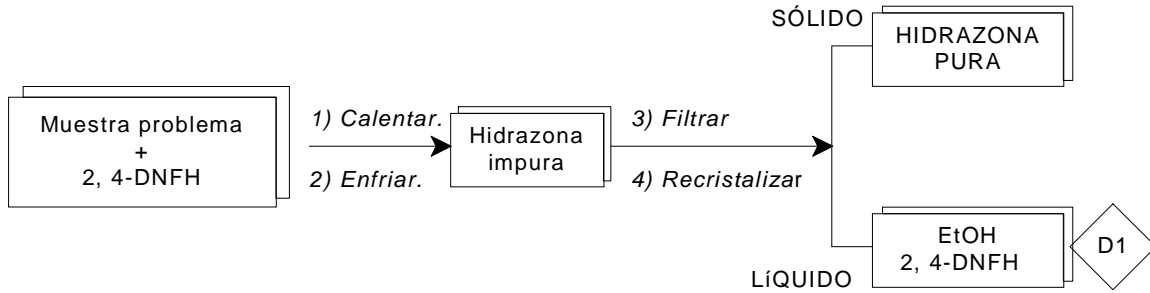


g) Benzofenona



IDENTIFICACIÓN DE ALDEHÍDOS Y CETONAS

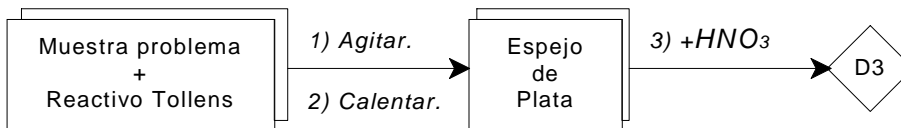
a) Identificación de grupo carbonilo.



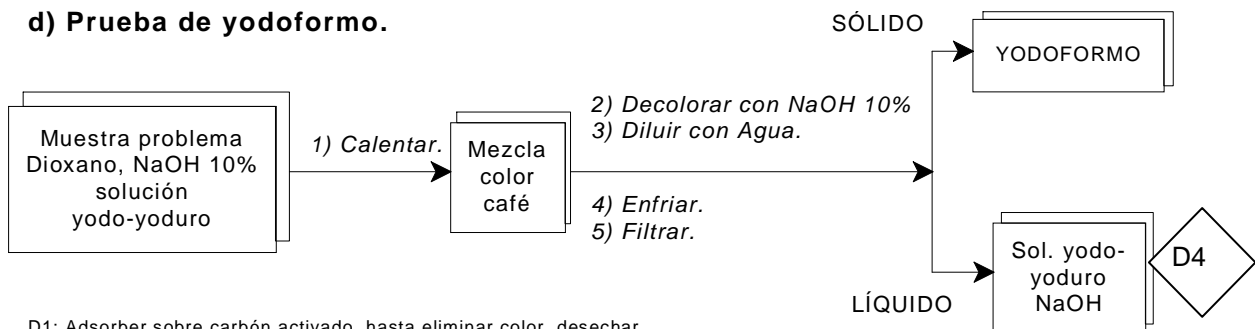
b) Ensayo con ácido crómico.



c) Prueba de Tollen's.



d) Prueba de yodoformo.



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

D2: Seguir mismo tratamiento que para D1 de obtención de n-butiraldehído.

D3: Guardar para posterior recuperación de la plata.

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

VIII. BIBLIOGRAFÍA

- a) A. I. Vogel.
A Textbook of Practical Organic Chemistry.
5th edition, Longmans Scientific and Technical, N. Y. (1989).
- b) D. J. Pasto y C. R. Johnson.
Determinación de Estructuras Orgánicas.
Editorial Reverté, México (1974).
- c) R. L. Shriner, R. C. Fuson y D. Y. Curtin.
Identificación Sistemática de Compuestos Orgánicos.
Editorial Limusa-Wiley, México (1973).
- d) R. T. Morrison y R. N. Boyd.
Organic Chemistry.
5th edition, Addison-Wesley Iberoamericana, USA (1990).
- e) N. L. Allinger *et al.*
Química Orgánica.
Editorial Reverté, España (1975).
- f) Daniels, Rush Baver.
J. Chem. ED. (1960). pp. 37, 203
- g) F. Fiegl y V. Anger.
Pruebas a la gota en el Análisis Orgánico.
Editorial El Manual Moderno, México (1978).
- h) J. W. Lehman.
Operational Organic Chemistry
3rd edition, Prentice Hall, New Jersey, USA (1999).
- i) J. R. Moring, C. N. Hammond, T. C. Morrill y D. C. Neckers.
Experimental Organic Chemistry.
W. H. Freeman and Company, New York, USA (1997).