

EXPERIMENTO No. 8

OBTENCIÓN DE INDICADORES DEL TIPO DE LAS FTALEÍNAS

FENOLFTALEÍNA Y FLUORESCINA

OBJETIVOS

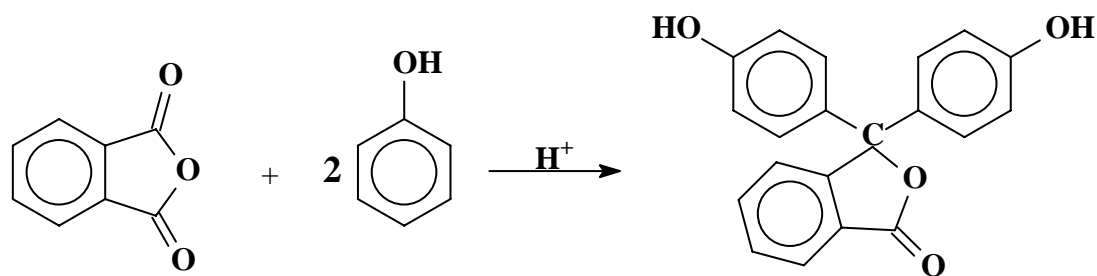
- a) El alumno aprenda los métodos de síntesis de colorantes del tipo de las ftaleínas, por condensación de anhídrido ftálico con: fenol, y con resorcinol.
- b) Observar el comportamiento de la fenolftaleína y fluoresceína, como indicadores, en medio ácido y en medio básico.

ANTECEDENTES

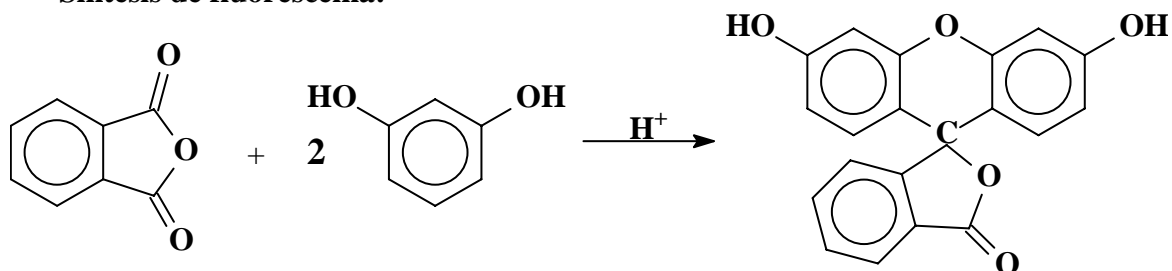
- a) Reacciones de sustitución electrófila aromática (SEA).
- b) Propiedades químicas de los fenoles.
- c) Que grupos son orientadores orto y para en una reacción de SEA.
- d) Ejemplos de ftaleínas más importantes.
- e) Usos de la fenolftaleína en medicina, farmacia y en el análisis.
- f) Características CRETIB de los reactivos.
- g) Generalidades sobre la teoría del color.
- h) Diferencias entre colorantes e indicadores.

REACCIONES

Síntesis de fenolftaleína:



Síntesis de fluoresceína:



OBTENCIÓN DE FENOLFTALEINA

MATERIAL

Espátula cromoníquel	1	Pipeta graduada de 5 mL	1
Agitador de vidrio	1	Matraz Erlenmeyer 125 mL	2
Parrilla de calentamiento	1	Probeta de 25 mL graduada	1
Kitasato c/manguera	1	Vaso pp. 400 mL	1
Termómetro de -10 a 400 °C	1	Recipiente de peltre	1
Pinzas tres dedos con nuez	1	Vidrio de reloj	1
Buchner c/alargadera	1		

REACTIVOS

Fenol	1 g	Anhídrido ftálico	1.2 g
Ác. sulfúrico conc.	0.5 mL	Sosa al 5 %	2 mL
Sosa al 10 %	12 mL	HCl sol 1:1	**
Etanol	1 mL	HCl conc.	5 mL

Nujol

** La cantidad necesaria.

PROCEDIMIENTO

En un matraz Erlenmeyer de 125 mL coloque 1 g de fenol, 1.2 g de anhídrido ftálico y 0.5 mL de ácido sulfúrico concentrado. Caliente la mezcla sobre la parrilla, agitando en forma manual y permitiendo la fusión, continúe el calentamiento hasta que el color de la mezcla adquiera un tono rojo cereza. Deje enfriar a temperatura ambiente y añada poco a poco solución de sosa al 10 % hasta pH alcalino, lo cual se observará por el tono que adquiere la fenolftaleína formada. Si queda material en suspensión, emplee el agitador de vidrio para permitir la disolución. Si es necesario filtre la mezcla para separar material en suspensión y a la solución filtrada adicione lentamente una solución de ácido clorhídrico al 10 % hasta pH ligeramente ácido.

Evite el exceso de solución de ácido clorhídrico e hidróxido de sodio, pues se formaría cloruro de sodio que podría cristalizar con la fenolftaleína.

Sumerja la solución ácida en hielo para permitir la cristalización de la fenolftaleína, filtre con la ayuda de vacío y seque el sólido formado, determine rendimiento, punto de fusión y cromatografía en capa fina.

NOTAS

Nota 1. Si se quiere realizar la técnica semimicro, se puede seguir el procedimiento descrito con tal fin para la obtención de la fluoresceína.

Reacción de identificación

Disuelva algunos cristales de fenolftaleína en 1 mL de etanol, agregue 1 mL de agua destilada, agite y agregue unas gotas de solución de sosa. Anote sus observaciones.

OBTENCIÓN DE FLUORESCEÍNA A MICROESCALA

MATERIAL

Tubo de ensayo	1	Vidrio de reloj	1
Mechero	1	Kitasato de 50 mL c/manguera	1
Recipiente para enfriar	1	Erlenmeyer de 50 mL	1
Embudo de Büchner	1	Espátula de cromoníquel	1

REACTIVOS

Resorcinol	0.1g	NaOH al 20 %	2 mL
NaOH al 5 %	1 mL	HCl	1 mL
Anh. ftálico	0.07 g	Etanol	5 mL
Ác. sulfúrico conc.	4 gotas	Agua destilada	

PROCEDIMIENTO

En un tubo de ensayo coloque 0.1 g de resorcinol, 0.07 de anhídrido. Ftálico, y añada una gota de H_2SO_4 conc., mezcle perfectamente y caliente con flama pequeña hasta lograr la fusión de la mezcla (Nota 1). Deje enfriar, filtre, y lave con agua. Para recrystalizar su producto se requiere de 1 a 2 mL de etanol y de 5 a 6 mL de agua.

Reacción de identificación

Disuelva en etanol algunos cristales del compuesto obtenido, añada NaOH al 5% hasta pH alcalino. Observe el color de la solución, con luz directa y con luz reflejada. Lleve a pH ácido con una solución de HCl 1:1 y anote sus observaciones.

NOTAS

Nota 1: Esta adquiere un color rojo ladrillo.

Si se desea obtener una cantidad mayor de fluoresceína, se puede seguir el procedimiento descrito para la obtención de fenolftaleína, sustituyendo el fenol por resorcinol.

CUESTIONARIO

- 1.- ¿Qué grupo funcional de las ftaleínas es afectado con el cambio de pH?
- 2.- ¿Porqué la fenolftaleína es tan usada como indicador en análisis?
- 3.- ¿Qué estructuras de la fenolftaleína se tienen en un pH alcalino?
- 4.- ¿Cuál es el uso más importante de la fluorescencia, en Geología?
- 5.- ¿Qué es un indicador?
- 6.- ¿Qué eluyentes utilizaría para hacer una cromatografía de la fenolftaleína y por qué?
- 7.- ¿Qué tipo de reacción es la que se lleva a cabo en la síntesis de ftaleínas?

BIBLIOGRAFIA

- 1.- Brewster R.Q., Vanderwerf C.A Ewen N.E.,
Curso práctico de química orgánica
Ed. Alhambra España (1970).
- 2.- Fieser L. & Fieser M.,
Experiments in Organic Chemistry.
7th edition. E.C. Heath Ed. Boston, U.S.A. (1992).

