

ORGANIC CHEMISTRY

LABORATORY MANUAL

QUÍMICA ORGÁNICA

PRÁCTICAS DE LABORATORIO

*M^a. Eugenia González Rosende
José Ignacio Bueso Bordiús
Encarna Castillo García*

LOW
COST

Books



SERIE QUÍMICA

ORGANIC CHEMISTRY
LABORATORY MANUAL

QUÍMICA ORGÁNICA
PRÁCTICAS DE LABORATORIO

ORGANIC CHEMISTRY
LABORATORY MANUAL

QUÍMICA ORGÁNICA
PRÁCTICAS DE LABORATORIO

M^a. Eugenia González Rosende
José Ignacio Bueso Bordilis
Encarna Castillo García



VALÈNCIA 2020

ORGANIC CHEMISTRY / QUIMICA ORGANICA
LABORATORY MANUAL / PRACTICAS DE LABORATORIO

M. Eugenia Gonzalez Rosende

Jose Ignacio Bueso Bordils

Encarna Castillo Garda

© of the text / © del texto: the authors / los autores
© of this edition / de esta edicion: Psylicomediciones
C/ Espigol, 19
46980 - Paterna (Valencia)
www.lowcostbooks.es
www.psylicomediciones.com

Diseño de colección: A.G.

ISBN: 978-84-121567-2-0
Deposito Legal: V -215-2020

PRINTED IN SPAIN / IMPRESO EN ESPAÑA

All rights reserved.

The contents of this work are protected by the Law of Spanish Copyright, which establishes prison sentences and/or fines, in addition to the corresponding compensation for damages, for whoever reproduces, plagiarizes, distributes or communicates publicly a literary, artistic or scientific work, in full or in part, or its transformation, interpretation or artistic execution fixed in any type of support or communicated by any means without the mandatory authorization of the holders of the corresponding intellectual property rights or of their assignees.

Reservados todos los derechos.

El contenido de esta obra esta protegido por la Ley, que establece penas de prisión y/o multas, además de las correspondientes indemnizaciones por danos y perjuicios, para quienes reprodujeren, plagiaran, distribuyeren o comunicaren públicamente, en todo o en parte, una obra literaria, artística o científica, o su transformación, interpretación o ejecución artística fijada en cualquier tipo de soporte o comunicada a través de cualquier medio sin la preceptiva autorización de los autores y editores.

*Queremos expresar nuestro mas sincero
agradecimiento a Jose Manuel Murgui
Martínez por su inestimable ayuda en
la creación de los códigos QR y a Isabel
Martínez Solis por acercarnos a la
Realidad Aumentada*

ÍNDICE

ORGANIC CHEMISTRY LABORATORY MANUAL

| | |
|---|-----------|
| 1. SAFETY RULES IN AN ORGANIC CHEMISTRY LABORATORY | 13 |
| 2. LABORATORY MATERIALS | 17 |
| 2.1. INTRODUCTION | 17 |
| 2.2. OBJECTIVES | 17 |
| 2.3. MATERIALS | 17 |
| 2.4. QUESTIONS | 20 |
| 3. BASIC LABORATORY TECHNIQUES IN ORGANIC CHEMISTRY | 23 |
| 3.1. LIQUID-LIQUID EXTRACTION | 23 |
| 3.2. FILTRATION | 27 |
| 3.3. DRYING OF ORGANIC SOLVENTS | 29 |
| 3.4. RECRYSTALLIZATION | 31 |
| 3.5. SIMPLE DISTILLATION | 33 |
| 3.6. MELTING POINT DETERMINATION | 35 |
| 3.7. REFLUX HEATING | 36 |
| 3.8. QUESTIONS | 38 |
| 4. SEPARATION, ISOLATION AND PURIFICATION OF BENZOIC ACID AND BENZYL ALCOHOL | 43 |
| 4.1. INTRODUCTION | 43 |
| 4.2. OBJECTIVES | 44 |
| 4.3. MATERIALS AND REAGENTS | 45 |
| 4.4. EXPERIMENTAL PROCEDURE | 45 |
| 4.4.1. PREPARATION OF SAMPLE PROBLEM | 45 |
| 4.4.2. SEPARATION (<i>Liquid-liquid extraction</i>) | 45 |
| 4.4.3. ISOLATION | 46 |
| 4.4.4. PURIFICATION | 46 |
| 4.5. QUESTIONS | 47 |
| 5. IDENTIFICATION OF ORGANIC FUNCTIONS | 53 |
| 5.1. INTRODUCTION | 53 |

| | |
|---|-----------|
| A. SATURATED AND UNSATURATED HYDROCARBONS..... | 53 |
| B. ACIDITY OF ALCOHOLS AND CARBOXYLIC ACIDS..... | 54 |
| C. DIFFERENTIATION BETWEEN ALDEHYDES AND KETONES.. | 54 |
| 5.2. OBJECTIVES..... | 55 |
| 5.3. MATERIALS AND REAGENTS..... | 55 |
| 5.4. EXPERIMENTAL PROCEDURE..... | 56 |
| A. SATURATED AND UNSATURATED HYDROCARBONS..... | 56 |
| B. ACIDITY OF ALCOHOLS AND CARBOXYLIC ACIDS..... | 56 |
| C. DIFFERENTIATION BETWEEN ALDEHYDES AND KETONES: FEHLING'S AND TOLLENS' TESTS..... | 56 |
| 5.5. QUESTIONS..... | 57 |
| 6. NUCLEOPHILIC SUBSTITUTION REACTIONS: SYNTHESIS OF tert-BUTYL CHLORIDE | 61 |
| 6.1. INTRODUCTION | 61 |
| 6.2. OBJECTIVES..... | 62 |
| 6.3. MATERIALS AND REAGENTS..... | 62 |
| 6.4. EXPERIMENTAL PROCEDURE..... | 62 |
| 6.5. QUESTIONS..... | 63 |
| 7. FISCHER ESTERIFICATION: SYNTHESIS OF ETHYL PROPANOATE..... | 67 |
| 7.1. INTRODUCTION | 67 |
| 7.2. OBJECTIVES..... | 67 |
| 7.3. MATERIALS AND REAGENTS..... | 68 |
| 7.4. EXPERIMENTAL PROCEDURE..... | 68 |
| 7.5. QUESTIONS..... | 68 |
| 8. ACYLATION OF PHENOLS: SYNTHESIS OF ACETYLSALICYLIC ACID (ASPIRIN®)..... | 73 |
| 8.1. INTRODUCTION | 73 |
| 8.2. OBJECTIVES..... | 74 |
| 8.3. MATERIALS AND REAGENTS..... | 75 |
| 8.4. EXPERIMENTAL PROCEDURE..... | 75 |
| 8.5. QUESTIONS..... | 76 |
| 9. MIXED-ALDOL CONDENSATION: SYNTHESIS OF DIBENZALACETONE . | 79 |
| 9.1. INTRODUCTION | 79 |
| 9.2. OBJECTIVES..... | 80 |
| 9.3. MATERIALS AND REAGENTS..... | 81 |
| 9.4. EXPERIMENTAL PROCEDURE..... | 81 |
| 9.5. QUESTIONS..... | 81 |

QUÍMICA ORGÁNICA

PRÁCTICAS DE LABORATORIO

| | |
|---|------------|
| 1. NORMAS DE SEGURIDAD EN UN LABORATORIO DE QUÍMICA ORGÁNICA | 87 |
| 2. MATERIAL DE LABORATORIO..... | 91 |
| 2.1. INTRODUCCIÓN..... | 91 |
| 2.2. OBJETIVOS | 91 |
| 2.3. MATERIAL | 91 |
| 2.4. CUESTIONES..... | 94 |
| 3. TÉCNICAS BÁSICAS DE LABORATORIO EN QUÍMICA ORGÁNICA..... | 97 |
| 3.1. EXTRACCIÓN LÍQUIDO-LÍQUIDO..... | 97 |
| 3.2. FILTRACIÓN | 101 |
| 3.3. SECADO DE DISOLVENTES ORGÁNICOS..... | 103 |
| 3.4. CRISTALIZACIÓN..... | 105 |
| 3.5. DESTILACIÓN SIMPLE..... | 108 |
| 3.6. DETERMINACIÓN DEL PUNTO DE FUSIÓN..... | 110 |
| 3.7. CALENTAMIENTO A REFLUJO | 111 |
| 3.8. CUESTIONES..... | 113 |
| 4. SEPARACIÓN, AISLAMIENTO Y PURIFICACIÓN DEL ÁCIDO BENZOICO Y DEL ALCOHOL BENCÍLICO | 119 |
| 4.1. INTRODUCCIÓN..... | 119 |
| 4.2. OBJETIVOS | 120 |
| 4.3. MATERIAL Y REACTIVOS..... | 121 |
| 4.4. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL..... | 121 |
| 4.4.1. PREPARACIÓN DE LA MEZCLA PROBLEMA..... | 121 |
| 4.4.2. SEPARACIÓN (<i>Extracción líquido-líquido</i>) | 121 |
| 4.4.3. AISLAMIENTO..... | 122 |
| 4.4.4. PURIFICACIÓN..... | 122 |
| 4.5. CUESTIONES..... | 124 |
| 5. IDENTIFICACIÓN DE FUNCIONES ORGÁNICAS..... | 129 |
| 5.1. INTRODUCCIÓN..... | 129 |
| A. <i>HIDROCARBUROS SATURADOS E INSATURADOS</i> | 129 |
| B. <i>ACIDEZ DE ALCOHOLES Y ÁCIDOS CARBOXÍLICOS</i> | 129 |
| C. <i>DIFERENCIACIÓN ENTRE ALDEHÍDOS Y CETONAS</i> | 130 |
| 5.2. OBJETIVOS | 131 |
| 5.3. MATERIAL Y REACTIVOS..... | 131 |

| | |
|--|------------|
| 5.4. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL..... | 132 |
| A. HIDROCARBUROS SATURADOS EINSATURADOS..... | 132 |
| B. ACIDEZ DE ALCOHOLES Y ÁCIDOS CARBOXÍLICOS..... | 132 |
| C. ENSAYOS DE DIFERENCIACIÓN ENTRE ALDEHIDOS Y CETONAS: FEHLING Y TOLLENS | 133 |
| 5.5. CUESTIONES..... | 133 |
| 6. REACCIONES DE SUSTITUCIÓN NUCLEOFÍLICA: SÍNTESIS DEL CLORURO DE <i>terc</i>-BUTILO | 137 |
| 6.1. INTRODUCCIÓN..... | 137 |
| 6.2. OBJETIVOS | 138 |
| 6.3. MATERIAL Y REACTIVOS..... | 138 |
| 6.4. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL..... | 138 |
| 6.5. CUESTIONES..... | 139 |
| 7. ESTERIFICACIÓN DE FISCHER: SÍNTESIS DEL PROPANOATO DE ETILO | 143 |
| 7.1. INTRODUCCIÓN..... | 143 |
| 7.2. OBJETIVOS | 143 |
| 7.3. MATERIAL Y REACTIVOS..... | 144 |
| 7.4. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL..... | 144 |
| 7.5. CUESTIONES..... | 144 |
| 8. ACILACIÓN DE FENOLES: SÍNTESIS DEL ÁCIDO ACETILSALICÍLICO (ASPIRINA®) | 149 |
| 8.1. INTRODUCCIÓN..... | 149 |
| 8.2. OBJETIVOS | 150 |
| 8.3. MATERIAL Y REACTIVOS..... | 151 |
| 8.4. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL..... | 151 |
| 8.5. CUESTIONES..... | 152 |
| 9. CONDENSACIÓN ALDÓLICA MIXTA: SÍNTESIS DE LA DIBENZALACETONA | 155 |
| 9.1. INTRODUCCIÓN..... | 155 |
| 9.2. OBJETIVOS | 156 |
| 9.3. MATERIAL Y REACTIVOS..... | 157 |
| 9.4. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL..... | 157 |
| 9.5. CUESTIONES..... | 158 |
| 10. BIBLIOGRAPHY / BIBLIOGRAFÍA | 161 |
| INDEX OF QR CODES / ÍNDICE DE CÓDIGOS QR..... | 163 |

5. IDENTIFICATION OF ORGANIC FUNCTIONS

5. IDENTIFICATION OF ORGANIC FUNCTIONS

5.1. INTRODUCTION

Determination of organic functions is of great interest for the knowledge of organic substances' structure. In this laboratory practice, a series of simple reactions will be carried out to characterize some organic functions such as hydrocarbons, the determination of the acidity of alcohols and carboxylic acids and differentiation tests between aldehydes and ketones.

A. SATURATED AND UNSATURATED HYDROCARBONS

There are several reactions commonly used to test the presence of double and triple bonds.

— SULFURIC ACID TEST

Hydrocarbons containing double and triple bonds react positively with cold concentrated sulfuric acid by addition reactions. When the reaction is positive, the hydrocarbon dissolves in the sulfuric acid aqueous solution. The negative reaction is observed when two phases appear. The lower phase is that of sulfuric acid.

— BROMINE WATER TEST

Unsaturated hydrocarbons discolour bromine water. Bromine water is a solution that contains bromine (Br_2) dissolved in water, which changes its colour from an intense red-yellow to a colourless solution. The process that takes place is the addition of bromine (halogenation) on double or triple bonds. In negative reactions, the reddish colour of bromine water persists.

— POTASSIUM PERMANGANATE TEST (BAEYER'S REACTION)

Double and triple bonds in hydrocarbons are oxidized with aqueous potassium permanganate (violet colour), which turns brown, indicating a positive test. The persistence of violet colour indicates a negative reaction.

B. ACIDITY OF ALCOHOLS AND CARBOXYLIC ACIDS

Carboxylic acids are more acidic than phenols, and the latter more than alcohols. Thus, carboxylic acids can react with metallic sodium (Na), with NaOH and even with NaHCO₃. Phenols react only with metallic sodium or NaOH. Alcohols only react with metallic sodium.

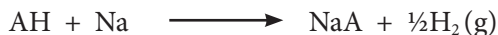
A positive test with NaHCO₃ is observed by CO₂ (g) release.



A positive reaction with NaOH produces dissolution of the compound, upon formation of the corresponding sodium salt. In a negative test, two phases are observed.



A positive test with metallic sodium produces hydrogen gas.



C. DIFFERENTIATION BETWEEN ALDEHYDES AND KETONES

The most commonly used reactions to distinguish aldehydes from ketones are Fehling's and Tollens' tests. Both are based on the reducing character of aldehydes.

- *Fehling's test.* Fehling's reagent consists of two aqueous solutions, FehlingI: copper (II) sulfate solution and *FehlingII*: sodium potassium tartrate solution (Rochelle salt) and NaOH. Aldehydes reduce Cu⁺² to Cu⁺¹, giving a red precipitate. Ketones do not reduce Cu⁺².

- *Tollens' test.* Tollens' reagent is a colourless ammoniacal solution containing silver (I) ion coordinated to ammonia, $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]^+$, prepared *in situ*. Aldehydes reduce Ag^+ to metallic silver (Ag^0). Hence, a silver mirror appears. Ketones do not perform this reaction.

5.2. OBJECTIVES

- To understand the behaviour of some common functional groups: alkanes, alkenes, alcohols, carboxylic acids, aldehydes and ketones.
- To learn different identification reactions of alkanes, alkenes, alcohols, carboxylic acids, aldehydes and ketones.
- To perform Fehling and Tollens reactions to differentiate between aldehydes and ketones.

5.3. MATERIALS AND REAGENTS¹

| Materials | Reagents | |
|---------------------|-------------------------------|-----------------------|
| 18 Test tubes | Cyclohexane | n-butanol |
| Eight 1 mL Pipettes | Cyclohexene | Caprylic acid |
| Pasteur pipettes | Conc. H_2SO_4 | Fehling I solution |
| | CCl_4 | Fehling II solution |
| | Bromine water* | Formaldehyde |
| | 10% Na_2CO_3 | Acetone |
| | 0.01 M KMnO_4 | Methyl ethyl ketone |
| | 10% NaOH | 0.1 M AgNO_3 |
| | Distilled water | NH_3 |
| | 2,5 M NaOH | |

Note*: Preparation of bromine water: Br_2 (5 mL) and CCl_4 (3 mL) are introduced into a test tube and shaken vigorously. Br_2 dissolves in CCl_4 (lower phase). This phase is collected with a pipette.

5.4. EXPERIMENTAL PROCEDURE

A. SATURATED AND UNSATURATED HYDROCARBONS

A.1) SULFURIC ACID TEST

Cyclohexane (1 mL) and concentrated, cold sulfuric acid (2-3 drops) are poured into a test tube. The content is vigorously shaken in order to facilitate the mixing. The test tube is allowed to stand for 2-3 minutes to verify if there has been a reaction. The test is repeated with cyclohexene.

Note: in all reactions in which concentrated sulfuric acid is used, it must be added at the end since it can be dangerous if it is not done that way.

A.2) BROMINE WATER TEST

Cyclohexane (1 mL) and bromine water (1 mL) are introduced into a test tube. The operation is repeated with a solution of cyclohexene (1 mL) in CCl₄ (1 mL), used as solvent. A few drops of bromine water are added to this solution. The disappearance of the red colour of bromine water in each test tube is observed.

A.3) POTASSIUM PERMANGANATE TEST (BAEYER'S REACTION)

1 mL of 10% Na₂CO₃ is introduced into a test tube. Cyclohexane (1 mL) and then 0.01 M KMnO₄ (1 mL) are added. In another test tube, the procedure is repeated with cyclohexene. The disappearance of violet colour of permanganate salt is observed.

B. ACIDITY OF ALCOHOLS AND CARBOXYLIC ACIDS

2 test tubes are taken and n-butanol (2 mL) is added into each of them. Then, a few drops of 10% NaHCO₃ are added into one test tube and 10% NaOH (2 mL) is added into the other one. The results are observed.

In another 2 test tubes, caprylic acid (2 mL) and distilled water (2 mL) are introduced into each of them. 10% NaHCO₃ is added to the first one until the reaction is positive (production of CO₂ bubbles). 10% NaOH is added to the second one until the two phases disappear.

C. DIFFERENTIATION BETWEEN ALDEHYDES AND KETONES: FEHLING'S AND TOLLENS' TESTS

C.1) FEHLING'S TEST

Fehling I solution (1 mL) and Fehling II solution (1 mL) are mixed into four test tubes to get the final deep blue Fehling's solution. Formaldehyde (1 mL), acetone

(1 mL) and methyl ethyl ketone (1 mL) are added into each of them, respectively. The fourth one is used as control. All the tubes are well shaken and the results are observed after boiling water bath and cold performance.

C.2) TOLLENS' TEST

Preparation of Tollens' Reagent. 0.1 M AgNO_3 (5 mL) is introduced into a test tube. A few drops of concentrated ammonia solution are added until the precipitate of silver oxide that was initially formed is redissolved. Then, 2.5 M NaOH (1 mL) is added.

3 test tubes are taken. Tollens' reagent (2 mL) is poured into each of them. Then, formaldehyde (1 mL), acetone (1 mL) and methyl ethyl ketone (1 mL) are added into each of them, respectively. Test tubes are shaken and allowed to stand for 2-3 minutes. The results are observed after hot and cold performance.

5.5. QUESTIONS

- 1) Compare the results obtained in the reactions between unsaturated hydrocarbons and saturated ones. Which ones give negative reactions and why?
- 2) Write the reactions that have given positive results in the hydrocarbon identification tests.
- 3) Discuss differences observed in the reactions of n-butanol and caprylic acid.
- 4) Draw the reactions in the acidity tests of alcohols and carboxylic acids.
- 5) Why does the light blue colour of copper (II) sulfate (Fehling I solution) turns dark blue when Fehling II solution is added?
- 6) Why is Fehling II reagent used? What would happen if only Fehling I reagent was used?
- 7) Indicate which compounds reduce Fehling's reagent. Explain the changes observed.
- 8) Which compounds reduce Tollens' reagent and what precipitate is formed? Write the reactions that have taken place in the oxidation of formaldehyde.

5. IDENTIFICACIÓN DE FUNCIONES ORGÁNICAS

5. IDENTIFICACIÓN DE FUNCIONES ORGÁNICAS

5.1. INTRODUCCIÓN

La determinación de funciones orgánicas presenta un gran interés para el conocimiento de la estructura de las sustancias orgánicas. En esta práctica se realizarán una serie de reacciones sencillas para la caracterización de algunas funciones orgánicas como hidrocarburos, acidez de alcoholes y ácidos carboxílicos y ensayos de diferenciación de aldehídos y cetonas.

A. HIDROCARBUROS SATURADOS E INSATURADOS

- ENSAYO CON ÁCIDO SULFÚRICO CONCENTRADO Y FRÍO.
Sólo reaccionan positivamente los hidrocarburos que contienen dobles y triples enlaces. Se trata de reacciones de adición de ácido sulfúrico. Cuando la reacción es positiva el hidrocarburo se disuelve en el ácido sulfúrico. La reacción negativa se observa porque aparecen dos fases. La fase inferior es la del ácido sulfúrico.
- ENSAYO CON AGUA DE BROMO
Los hidrocarburos alifáticos insaturados decoloran el agua de bromo, que es de color rojizo, porque se forma un compuesto de adición incoloro. En las reacciones negativas, el color rojizo del agua de bromo persiste.
- ENSAYO CON PERMANGANATO POTÁSICO (REACCIÓN DE BAEYER)
El doble y triple enlace en hidrocarburos alifáticos se oxida con el permanganato potásico (de color violeta), que pasa a color pardo, lo cual indica una prueba positiva. La persistencia del color violeta indica una reacción negativa.

B. ACIDEZ DE ALCOHOLES Y ÁCIDOS CARBOXÍLICOS

Los ácidos carboxílicos son más ácidos que los fenoles y éstos más que los alcoholes. Así, los ácidos pueden reaccionar con sodio metálico, con NaOH e

incluso con NaHCO_3 . Los fenoles sólo reaccionan con sodio metálico o NaOH . Los alcoholes únicamente con sodio metálico.

Una reacción positiva con NaHCO_3 se observa por el desprendimiento de CO_2 (g).



Una reacción positiva con NaOH produce la solubilidad del compuesto, al formarse la sal sódica correspondiente. En una reacción negativa se observan dos fases.



Una reacción positiva con sodio metálico produce burbujas de hidrógeno.



C. DIFERENCIACIÓN ENTRE ALDEHÍDOS Y CETONAS

Las reacciones más utilizadas para distinguir aldehídos y cetonas son los ensayos de Fehling y Tollens. Ambos están basados en el carácter reductor de los aldehídos.

— ENSAYO DE FEHLING

El reactivo de Fehling consiste en dos disoluciones acuosas, Fehling I: disolución de sulfato de cobre (II) y Fehling II: disolución de tartrato de sodio y potasio (sal de Rochelle) y NaOH . Los aldehídos reducen el Cu^{+2} a Cu^{+1} , dando un precipitado de color rojo. Las cetonas no reducen el Cu^{+2} .

— ENSAYO DE TOLLENS

El reactivo de Tollens es una disolución amoniacal de AgOH, preparada in situ. Los aldehídos reducen Ag^{+1} a plata metálica (Ag^0), apareciendo un espejo de plata. Las cetonas no dan la reacción.

5.2. OBJETIVOS

- Comprender el comportamiento de algunos grupos funcionales habituales: alcanos, alquenos, alcoholes, ácidos carboxílicos, aldehídos y cetonas.
- Conocer diversas reacciones de identificación de alcanos, alquenos, alcoholes, ácidos carboxílicos, aldehídos y cetonas.
- Realizar los ensayos con los reactivos de Fehling y Tollens para diferenciar aldehídos y cetonas.

5.3. MATERIAL Y REACTIVOS²

| Material | Reactivos | |
|--------------------|--------------------------------|------------------------|
| 18 Tubos de ensayo | Ciclohexano | n-butanol |
| 8 Pipetas de 1 mL | Ciclohexeno | Ácido caprílico |
| Pipetas Pasteur | H_2SO_4 (conc) | Solución de Fehling I |
| | CCl_4 | Solución de Fehling II |
| | Agua de Bromo* | Formaldehído |
| | Na_2CO_3 10% | Acetona |
| | KMnO_4 0.01 M | Metil etil cetona |
| | NaOH 10% | AgNO_3 0.1 M |
| | NaHCO_3 10% | NH_3 |
| | NaOH 2.5 M | Agua destilada |

2 *Preparación del agua de bromo:* en un tubo de ensayo se introducen Br_2 (5 mL) y CCl_4 (3 mL) y se agita vigorosamente. El Br_2 se disuelve en el CCl_4 (fase inferior). Con una pipeta se recoge esta fase.

5.4. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

A. HIDROCARBUROS SATURADOS EINSATURADOS

A.1) ENSAYO CON ÁCIDO SULFÚRICO CONCENTRADO Y FRÍO

En un tubo de ensayo se vierten ciclohexano (1 mL) y ácido sulfúrico con-centrado y frío (2-3 gotas). Se agita vigorosamente para facilitar la mezcla. Se deja en reposo durante 2-3 minutos para verificar si ha habido reacción. Se repite la operación con ciclohexeno.

Nota: en todas las reacciones en que se utilice ácido sulfúrico concentrado, éste debe añadirse al final, ya que puede resultar peligroso si no se hace así.

A.2) DECOLORACIÓN DEL AGUA DE BROMO

En un tubo de ensayo se introducen ciclohexano (1 mL) y agua de bromo (1 mL). Se repite la operación con una disolución de ciclohexeno (1 mL) en CCl₄ (1 mL), que actúa como disolvente. A esta disolución se le añaden unas gotas de agua de bromo. Se comprueba la desaparición del color rojo del agua de bromo.

A.3) ENSAYO CON EL PERMANGANATO POTÁSICO

(Reacción de Baeyer)

Se toma un tubo de ensayo y en él se introduce Na₂CO₃ 10% (1 mL). Se añade ciclohexano (1 mL) y después KMnO₄ 0.01 M (1 mL). En otro tubo de ensayo se repite el procedimiento con ciclohexeno. Se comprueba como desaparece el color violeta del permanganato.

B. ACIDEZ DE ALCOHOLES Y ÁCIDOS CARBOXÍLICOS

Se cogen 2 tubos de ensayo y se añade n-butanol (2 mL) a cada uno de ellos. En uno se ponen unas gotas de NaHCO₃ 10% y en el otro NaOH 10% (2 mL). Se observa los resultados.

En otros 2 tubos de ensayo se introducen en cada uno de ellos ácido caprílico (2 mL) y agua destilada (2 mL). A uno se le añade NaHCO₃ 10% hasta que la reacción sea positiva (desprendimiento de burbujas de CO₂). Al otro se le hace lo mismo, pero añadiéndole NaOH al 10% hasta que desaparezcan las dos fases.

C. ENSAYOS DE DIFERENCIACIÓN ENTRE ALDEHIDOS Y CETONAS: FEHLING Y TOLLENS

C.1) ENSAYO DE FEHLING

Se cogen cuatro tubos de ensayo y se pone en cada uno de ellos solución de Fehling I (1 mL) y solución de Fehling II (1 mL), mezclándolas bien. A cada uno de ellos se le añade formaldehído (1 mL), acetona (1 mL) y metil etil cetona (1 mL), respectivamente. El cuarto actúa como blanco. Se agitan bien y se observan los resultados en frío y en caliente al baño María.

C.2) ENSAYO DE TOLLENS

Preparación del Reactivo de Tollens. En un tubo de ensayo se introduce AgNO_3 0.1 M (5 mL). Se añaden unas gotas de amoniaco concentrado hasta redisolver el precipitado que se forma inicialmente. Luego se añade NaOH 2.5 M (1 mL).

Se toman 3 tubos de ensayo. Se vierte en cada uno reactivo de Tollens (2 mL). Posteriormente, se añade formaldehído (1 mL) en un tubo, acetona (1 mL) en el otro y metil etil cetona (1 mL) en el tercero. Se agitan y se dejan en reposo 2-3 minutos. Se observan los resultados en frío y en caliente al baño María.

5.5. CUESTIONES

- 1) Compare los resultados obtenidos en las reacciones de los hidrocarburos insaturados con los saturados. ¿Cuáles dan reacciones negativas y por qué?
- 2) Escriba las reacciones que hayan dado resultados positivos en las reacciones de identificación de hidrocarburos.
- 3) Comente las diferencias observadas en las reacciones del n-butanol y del ácido caprílico.
- 4) Dibuje cada una de las reacciones que se han producido en los distintos ensayos de acidez de alcoholes y ácidos carboxílicos.
- 5) ¿Por qué el color azul tenue del sulfato de cobre (solución de Fehling I) pasa a azul intenso cuando se le añade la solución de Fehling II?
- 6) ¿Por qué se utiliza el reactivo de Fehling II? ¿Qué pasaría si sólo se utilizara el reactivo de Fehling I?

- 7) Indique qué compuestos reducen el reactivo de Fehling. Explique los cambios observados.
- 8) ¿Qué compuestos reducen el reactivo de Tollens y de qué es el precipitado que se forma?
- 9) Escriba las reacciones que han tenido lugar en la oxidación del formaldehído.

Al incorporar la dimensión internacional en el ámbito universitario se imponen retos en la actividad docente. Así, los métodos de enseñanza requieren una transformación significativa con herramientas docentes innovadoras. Este manual de prácticas de laboratorio de química orgánica inglés – español, elaborado por profesores que imparten docencia en las titulaciones de Farmacia y Pharmacy de la Universidad CEU Cardenal Herrera, posibilita una enseñanza bilingüe y la integración del alumno internacional.

El manual presenta el mismo contenido en inglés y en castellano. Además, se incorporan vídeos, mediante códigos QR, que permiten acercar a los alumnos a la Realidad Aumentada, enseñanza virtual de especial relevancia en la actualidad.

Los autores del libro esperamos que el manual sea de especial utilidad para el profesorado en titulaciones bilingües en las que se imparte química orgánica.



**LOW
COST**

books



9 788412 1156720