



**UNIVERSIDAD NACIONAL  
AUTÓNOMA DE  
MÉXICO**

**FACULTAD DE QUÍMICA**

**DEPARTAMENTO DE QUÍMICA ORGÁNICA**

**MANUAL DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA IV  
(1606)**

**SEMESTRE 2021-2**

# **Laboratorio de Química Orgánica IV (1606)**

## **Semestre 2021-2**

---

Dr. J. Oscar Humberto Pérez Díaz

Coordinador del Laboratorio de Química Orgánica IV

**1606 – Química**

Con la colaboración en el diseño y montaje de los experimentos:

Norma Castillo Rangel

Adrián Vázquez Sánchez

J. Oscar Humberto Pérez Díaz

Elaboración, filmación y edición de videos de prácticas:

Guillermina Yazmín Arellano Salazar

Norma Castillo Rangel

Adrián Vázquez Sánchez

J. Oscar Humberto Pérez Díaz

Agradecimiento a la Dra. Irma Gavilán Cruz por su valiosa aportación de los diagramas ecológicos incluidos en el presente manual.

El presente manual es una actualización y modificación del previo elaborado por:

QFB. Consuelo García Manrique (2014)

**ISBN: 978-607-02-5346-1**



## QUIMICA ORGÁNICA IV (1606)



### PROGRAMA DE PRÁCTICAS

Semestre 2021-II

22 Febrero 2021

| Semana         | No  | No. Práctica  | Días Feriados |
|----------------|-----|---|---------------|
| 1 – 5 Mzo      | 0   | Forma de evaluación, acuerdos   |               |
| 8 – 12 Mzo     | 1   | Taller en línea de RMN 1H   |               |
| 15 – 19 Mzo    | 2   | Ácidos carboxílicos I (Hidrólisis nitrilos)                                   | Lun 15 Mzo    |
| 22 – 26 Mzo    | 3   | Ácidos carboxílicos II (Reacción de haloformo)                                |               |
| 29 Mzo – 2 Abr | --- | Vacaciones: Semana Santa  | -----         |
| 5 – 9 Abr      | 4   | Derivados de Ácidos carboxílicos (Benzocaína & Paracetamol)                   |               |
| 12 – 16 Abr    | 5   | <i>Sesión de ejercicios de teoría</i>   |               |
| 19 – 23 Abr    | 6   | Análisis de Caso:<br>Derivados de ácidos carboxílicos                         |               |
| 26 – 30 Abr    | 7   | Lípidos: Saponificación de la trimiristina                                    |               |
| 3 – 7 Myo      | 8   | Análisis de Caso: Biodiesel   |               |
| 10 – 14 Myo    | 9   | <i>Sesión de ejercicios de teoría</i>   | Lun 10 Myo    |
| 17 – 21 Myo    | 10  | Aminoácidos & Péptidos I: Ácido hipúrico                                      |               |
| 24 – 28 Myo    | 11  | Aminoácidos & Péptidos II: Reacción de pseudoSanger y reacción con Ninhidrina |               |
| 31 Myo – 4 Jun | 12  | Carbohidratos   |               |
| 7 – 11 Jun     | 13  | Entrega de calificaciones a los alumnos y a la Sección                        |               |

**Dr. Oscar Humberto Pérez Díaz**  
Coordinador de Laboratorio de Química Orgánica IV (1606)

---

# PRÁCTICA 1A



## ÁCIDOS CARBOXÍLICOS

### HIDRÓLISIS ALCALINA DE BENZONITRILO

---

#### I. Objetivos.

- Sintetizar Ácido Benzoico mediante hidrólisis básica de benzonitrilo.
- Comprender el mecanismo y condiciones de reacción necesarias para llevar a cabo la hidrólisis alcalina del benzonitrilo.
- Identificar un ácido carboxílico mediante pruebas químicas sencillas.

#### II. Información.

Los ácidos carboxílicos son las moléculas orgánicas con el mayor grado de oxidación en la química orgánica, el grupo funcional ácido carboxílico está formado por un carbonilo y un hidroxilo sobre el mismo carbono, sin embargo, la reactividad de este grupo funcional es particular. Su fórmula condensada es  $\text{-CO}_2\text{H}$ .

Son moléculas polares y por ende su solubilidad se ve favorecida en disolventes polares. Las sales metálicas de éstos son conocidos como: *carboxilatos* y son generalmente solubles en agua (depende de la longitud de la cadena), los carboxilatos son estabilizados por resonancia, haciendo de éstos una entidad de gran estabilidad. Otra propiedad primordial y tal como su nombre lo dicta son moléculas ácidas, consideradas como ácidos débiles frente a ácidos minerales inorgánicos.

Los ácidos carboxílicos están ampliamente diseminados en la naturaleza, frecuentemente combinados con otros grupos funcionales. Fungen importantes actividades biológicas, así como también son muy empleados en las industrias: alimenticia, perfumería, farmacéutica, de polímeros, colorantes, etc.

#### III. Antecedentes.

- Características de los ácidos carboxílicos.
- Valores de  $pK_a$  de ácidos carboxílicos alifáticos y aromáticos.
- Diferentes métodos de síntesis de ácidos carboxílicos.
- Mecanismo de reacción de hidrólisis ácida y básica de nitrilos.

5. Propiedades físicas, químicas y toxicológicas (CRETIB) de reactivos y productos.

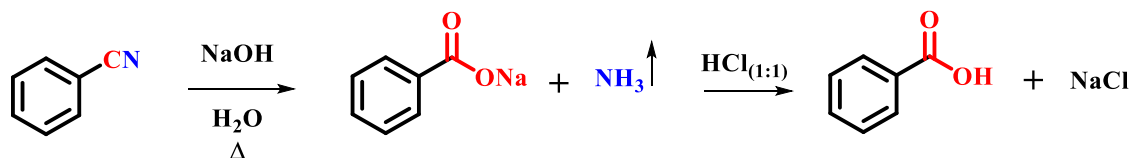
#### IV. Reactivos.

| Reactivos                            | Cantidad                      |
|--------------------------------------|-------------------------------|
| Benzonitrilo                         | 0.5 mL                        |
| Hidróxido de sodio al 10% (m/v)      | 6.5 mL                        |
| Ácido clorhídrico 1:1                | 5 mL                          |
| Disolución de NaHCO <sub>3</sub> 10% | 0.25 mL                       |
| Carbón activado                      | 1-2% del peso a recrystalizar |
| Papel pH                             | El necesario                  |

#### V. Material.

|   |   |   |   |
|---|---|---|---|
| Agitador de vidrio                                | 1 | Pinzas de tres dedos para microescala   | 1 |
| Barra para agitación magnética                    | 1 | Pinzas de tres dedos con nuez           | 1 |
| Bomba de agua sumergible con mangueras            | 1 | Pipeta graduada de 5 mL                 | 1 |
| Embudo de filtración rápida                       | 1 | Pipeta graduada de 1 mL                 | 1 |
| Embudo Büchner con alargadera                     | 1 | Probeta graduada de 10 mL               | 1 |
| Espátula de acero inoxidable                      | 1 | Recipiente de peltre para baño de hielo | 1 |
| Matraz bola de fondo plano de 25 mL               | 1 | Recipiente de plástico para hielo       | 1 |
| Matraz Erlenmeyer de 25 mL                        | 2 | Refrigerante de agua con mangueras      | 1 |
| Matraz Kitasato de 50 mL con manguera             | 1 | Vaso precipitados de 50 mL              | 2 |
| Parrilla de agitación magnética con calentamiento | 1 | Vidrio de reloj                         | 1 |

#### VI. Reacción y Relación Estequiométrica



|                              | Benzonitrilo   | Hidróxido de sodio | Ácido Benzoico |
|------------------------------|----------------|--------------------|----------------|
| Masa molar (g/mol)           | 103            | 40                 | 122            |
| Masa (g)                     | 0.505 (0.5 mL) | 0.65               |                |
| Densidad (g/mL)              | 1.01           | /                  | /              |
| Cantidad de sustancia (mmol) |                |                    |                |
| Equivalentes químicos        |                |                    |                |

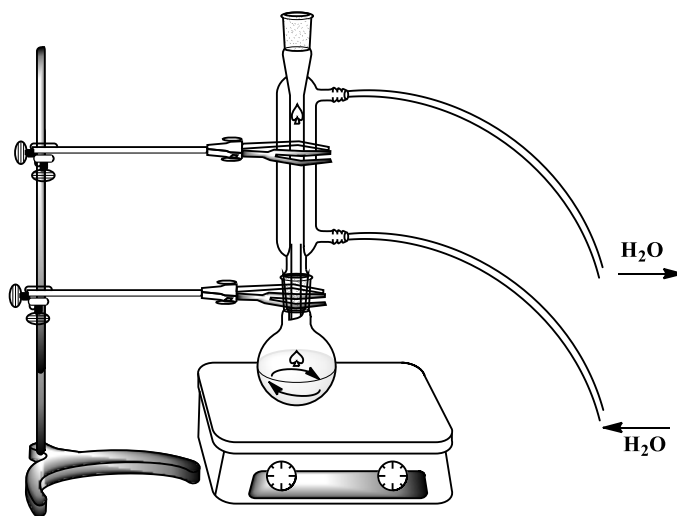
## VII. Procedimiento.

En un matraz bola de fondo plano de 25 mL provisto de agitador magnético, coloque 0.5 mL de benzonitrilo y 6.5 mL de solución de NaOH al 10% m/v, adapte un refrigerante de agua en posición de reflujo (**Figura 1**) y coloque la mezcla bajo agitación magnética y reflujo por un lapso de 40 minutos, observe que durante este tiempo la mezcla de reacción se tornará homogénea, desaparecerán las gotas oleosas del benzonitrilo, al mismo tiempo es posible que perciba un olor característico debido a la liberación de amoníaco, subproducto de la reacción.

Una vez finalizado el tiempo, vierta la mezcla de reacción dentro de un vaso de precipitado, coloque éste dentro de un baño de hielo y agregue solución de ácido clorhídrico 1:1, hasta pH 2-3, casi inmediatamente se formarán cristales, filtre al vacío y guarde una minúscula muestra para verificar punto de fusión sin recrystalizar.

Recrystalice el producto con agua como disolvente ideal, emplee agua helada para ayudarse a bajar y lavar los cristales, fíltrelos al vacío, seque y pese la masa obtenida de ácido benzoico. Calcule el rendimiento experimental y determine el punto de fusión del producto sin recrystalizar vs. recrystalizado.

Por último tome un poco del sólido recrystalizado y colóquelo encima del vidrio de reloj, posteriormente añádale un poco de disolución de  $\text{NaHCO}_3$  al 10%, observe y discuta.



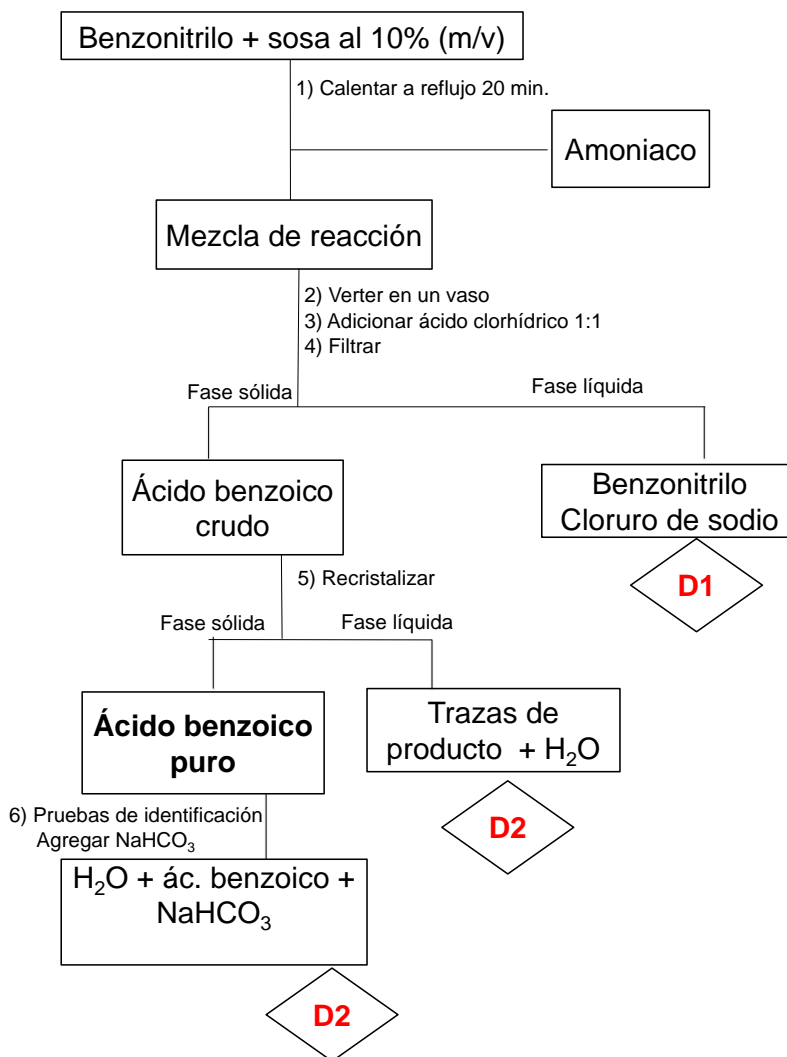
**Figura 1.** Sistema de reflujo para la hidrólisis alcalina de benzonitrilo.

*Nota:* recuerde emplear el mínimo volumen de agua caliente para recrystalizar, si considera necesario emplear carbón activado.

## VIII. Manejo de Residuos.



# ÁCIDO BENZOICO



**D1:** Adsorber en carbón activado y desechar neutro..  
**D2:** : Neutralizar la disolución y desechar en el drenaje.

**Esquema 1.** Diagrama de flujo de la hidrólisis de benzonitrilo y manejo de residuos.

## IX. Cuestionario.

1. Explique qué reacción se lleva a cabo.
2. Diga cuál es la función del hidróxido de sodio.
3. ¿Durante la hidrólisis de los nitrilos qué gas se desprende?

## **X. Bibliografía.**

1. Ávila, G.; García, C. *et al* Química Orgánica. Experimentos con un Enfoque Ecológico **2009**, Dirección General de Publicaciones y Fomento Editorial, UNAM, 2<sup>da</sup> Edición, México.
2. Brewster, R. Q.; Vanderwerf, C. A.; McEwen, W. E. Curso Práctico de Química Orgánica, Editorial Alhambra, 2da Edición, España, 1977.
3. McMurry, J. Química Orgánica, Thomson Editores, 7a Edición, Mexico, 2008.
4. Carey F. A.; Giuliano R. M. Química Orgánica 2014, Editorial McGraw Hill, 9da Edición, México.



---

# PRÁCTICA 1B



## ÁCIDOS CARBOXÍLICOS

### REACCIÓN DEL HALOFORMO

---

#### I. Objetivos.

- Sintetizar Ácido Benzoico a partir de acetofenona, por medio de una reacción de desmetilación oxidativa ó Haloformo.
- Comprobar la presencia de un grupo ácido carboxílico por medio de pruebas químicas características.

#### II. Información.

La reacción de haloformo es una reacción característica que sufren las metil-cetonas en presencia de cloro, bromo o iodo en medio fuertemente alcalino ( $\text{OH}^-$ ), para dar un carboxilato metálico ( $\text{RCO}_2\text{Na}$  ó  $\text{K}$ ) y trihalometano, comúnmente conocido como: *haloformo* ( $\text{CHX}_3$ ), con la particularidad de que dicho carboxilato muestra un carbono menos que la cadena original. Los aldehídos no llevan a cabo dicha reacción salvo por el acetaldehído. La utilidad sintética de dicha reacción es la desmetilación oxidativa de metil-cetonas, para la obtención de ácidos carboxílicos o amidas como lo reporta Cao L.<sup>1</sup>

La reacción procede mediante 3 halogenaciones sucesivas sobre los 3 hidrógenos *alfa* del metilo adyacente al carbonilo, una vez realizadas las tres halogenaciones, procede un ataque nucleofílico por parte de un hidróxido al carbonilo desplazando al trihalometano como grupo saliente.

#### III. Antecedentes.

- Formación de carbaniones y mecanismo de estabilidad de los mismos.
- Reacciones de sustitución electrofílica sobre el carbono alfa a grupo carbonilo.
- Valores de  $pK_a$  de protones alfa de metil-cetonas.
- Solubilidad de ácidos carboxílicos y sus sales.
- Mecanismo de la reacción de haloformo para metil-cetonas.
- Propiedades físicas, químicas y toxicológicas (CRETIB) de reactivos y productos.

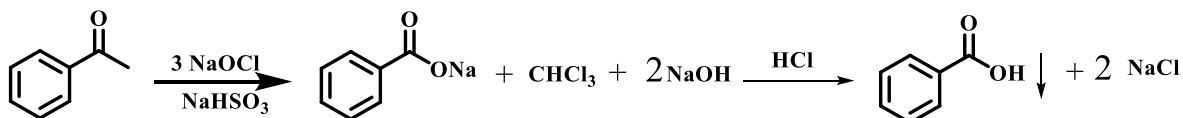
#### IV. Reactivos.

| Reactivos                               | Cantidad     |
|---|--------------|
| Acetofenona                             | 0.5 mL       |
| Solución de NaOCl al 13% v/v            | 18 mL        |
| Bisulfito de sodio                      | 100 mg       |
| Diclorometano                           | 4.5 mL       |
| Ácido Clorhídrico 50% v/v               | 5 mL         |
| Disolución de NaHCO <sub>3</sub> al 10% | 0.25 mL      |
| Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>         | El necesario |
| Disolución de KI al 2%                  | 0.25 mL      |
| Papel pH                                | El necesario |

#### V. Material.

|   |   |                                 |   |
|---|---|---------------------------------|---|
| Agitador de vidrio                      | 1 | Pinza de tres dedos con nuez    | 2 |
| Barra para agitación magnética          | 1 | Pipeta graduada de 1 mL         | 1 |
| Cámara de elución con tapa              | 1 | Probeta graduada de 25 mL       | 1 |
| Embudo de separación de 50 mL con tapón | 1 | Vaso de precipitados de 30 mL   | 2 |
| Embudo Büchner con alargadera           | 1 | Vidrio de reloj                 | 1 |
| Espátula                                | 1 | Parrilla de agitación magnética | 1 |
| Matraz Erlenmeyer de 50 mL              | 2 | Vial de vidrio                  | 1 |
| Matraz Kitasato de 50 mL con manguera   | 1 | Tubo de ensaye                  | 2 |
| Embudo de filtración rápida             | 1 |                                 |   |

#### VI. Reacción y Relación Estequiométrica



|                              | Acetofenona    | NaClO        | Ácido Benzoico |
|------------------------------|----------------|--------------|----------------|
| Masa molar (g/mol)           | 120            | 74.5         | 122            |
| Masa (g)                     | 0.516 (0.5 mL) | 2.95 (18 mL) |                |
| Densidad (g/mL)              | 1.03           | 1.02         | /              |
| Cantidad de sustancia (mmol) |                |              |                |

## VII. Procedimiento.

En un matraz Erlenmeyer de 50 mL provisto de agitador magnético adicione 0.5 mL de acetofenona y 18 mL de solución de NaClO al 13% v/v. Agite vigorosa y magnéticamente la mezcla de reacción a temperatura ambiente por un lapso de 40 minutos; una vez finalizado el tiempo de reacción y bajo agitación magnética adicione 100 mg de NaHSO<sub>3</sub> para destruir el exceso de hipoclorito de sodio, de ser necesario añada más bisulfito de sodio (*Nota*: tome un tubo de ensaye y agréguele 1 mL de disolución de KI al 2%, enseguida añada 1 gota de NaClO, la disolución cambiará de coloración a café por la formación *in situ* de I<sub>2</sub> (control positivo), a otro tubo de ensaye añada 1 mL de disolución al 2% de KI y agregue una gota de la mezcla de reacción, si aún hay presencia de NaClO, la disolución tornará al café, de lo contrario permanecerá transparente ó ligeramente amarilla).

Una vez destruido el exceso de NaClO, retire la barra magnética del matraz y vierta la mezcla de reacción dentro de un embudo de separación de 50 mL, realice una extracción con CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> (3 x 2 mL), mezcle las fases orgánicas y no las deseche aún.

Coloque la fase acuosa dentro de un matraz Erlenmeyer de 50 mL y colóquelo dentro de un baño de hielo, enseguida acidifique la fase acuosa con solución de HCl 50% v/v hasta pH 2-3, comenzará a precipitar un sólido blanquecino. Filtre al vacío y lave los cristales con agua helada, guarde un poco del sólido crudo para su posterior determinación de punto de fusión.

Purifique el ácido benzoico por recristalización empleando agua, emplee agua helada para ayudarse a bajar y lavar los cristales, fíltrelos al vacío, seque y pese la masa obtenida de ácido benzoico. Calcule el rendimiento experimental y determine el punto de fusión del producto *crudo* vs. recristalizado.

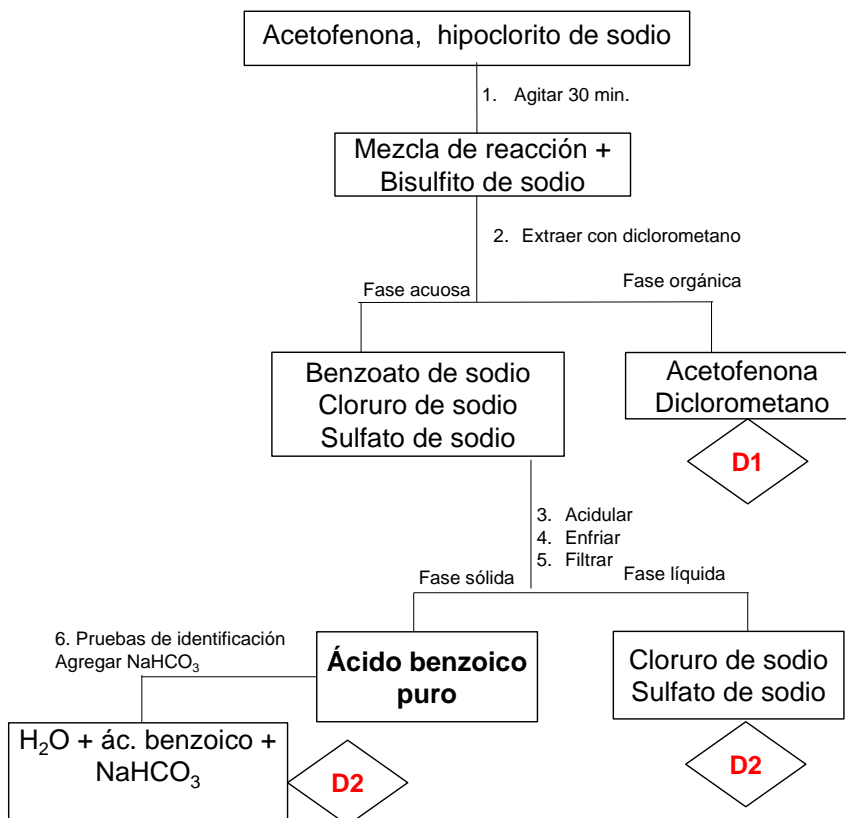
Tome un poco del ácido benzoico recristalizado y colóquelo encima del vidrio de reloj, enseguida añada unas gotas de solución de NaHCO<sub>3</sub> al 10% observe y discuta.

A la fase orgánica agregue Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (2 espátulas) para atrapar el exceso de agua que pueda contener y no modifique la polaridad de la misma.

Realice una placa de CCF comparando la acetofenona (materia prima: diluya una gota en 2 mL de CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> o AcOEt) contra la fase orgánica, con el objetivo de visualizar si la reacción se completó o quedó acetofenona sin reaccionar en la fase orgánica (eluyente Hexano:AcOEt 8:2).



# ÁCIDO BENZOICO REACCIÓN DE HALOFORMO



**D1:** Separar fases, la fase con acetofenona se adsorbe con carbón activado y se desecha neutra. Reservar el diclorometano.

**Precauciones:**

Acetofenona LD50= 810mg/kg, tóxico e irritante por inhalación, ingestión o adsorción por la piel. Ácido benzoico LD50= 2538mg/kg, produce problemas gastrointestinales y alergias por ingestión.

**Productos de descomposición:** monóxido y dióxido de carbono.

**D2:** Filtrar, verificar el pH, neutralizar si es necesario y eliminar por el drenaje.

**Esquema 2.** Diagrama de flujo de la reacción de haloformo y su manejo de residuos.

## VIII. Cuestionario.

1. Explique las reacciones se llevan a cabo entre el bisulfito y el hipoclorito y entre el hipoclorito y el KI.
2. Diga cuál es la función del bisulfito de sodio, indíquelo con una ecuación química.
3. ¿Cómo se obtiene el ácido benzoico a nivel industrial?

## IX. Bibliografía.

1. Cao, L.; Ding, J.; Gao, M.; Wang, Z.; Li, J.; Wu, L. *Org Lett.* **2009**, 11, 3810.
2. Mayo, D. W.; Pike, R. M.; Butcher, S. S.; Trumper, P. K. *Microscale Organic Laboratory* 1994, Editorial John Wiley & Sons Inc. Estados Unidos de Norteamérica.
3. Carey F. A.; Giuliano R. M. *Química Orgánica* **2014**, Editorial McGraw Hill, 9<sup>na</sup> Edición, México.
4. Ávila, G.; García, C. *et al* *Química Orgánica. Experimentos con un Enfoque Ecológico* **2009**, Dirección General de Publicaciones y Fomento Editorial, UNAM, 2<sup>da</sup> Edición, México.
5. Kenneth, W. *Macro and Microscale Organic Experiments* **2010**, Editorial Cengage Learning, 6<sup>ta</sup> Edición, Estados Unidos de Norteamérica.
6. Pavia, D. L. *Introduction to Organic Laboratory Techniques, a Microscale Approach* **2006**, Editorial Cengage Learning, 4<sup>ta</sup> Edición, Estados Unidos de Norteamérica.

---

# PRÁCTICA 2A



## DERIVADOS DE ÁCIDOS CARBOXÍLICOS

### SÍNTESIS DE BENZOCAÍNA

---

#### I. Objetivos.

- Obtener un éster mediante una esterificación de Fischer.
- Sintetizar benzocaína a partir del ácido 4-aminobenzoico y etanol empleando catálisis ácida.

#### II. Información.

Los ácidos carboxílicos son compuestos orgánicos que presentan sobre el mismo átomo de carbono un carbonilo y un hidroxilo, dando una reactividad muy particular a este tipo de compuestos. Sin embargo, existen compuestos que son derivados de éstos, los cuales se denominan derivados de ácidos carboxílicos, donde se ha sustituido el hidroxilo por otro nucleófilo tal como: halógeno, alcoxi, tioalcoxi, aciloxi o amino. Este cambio de grupo funcional modifica sustancialmente las propiedades y la reactividad de los mismos.

La reacción principal de sustitución nucleofílica que llevan los ácidos carboxílicos así como sus derivados se denomina *Adición: Eliminación*, en la cual parte de un compuesto trigonal plano con hibridación  $sp^2$ , pasando por un intermediario tetraédrico ( $sp^3$ ) finalizando y regenerando la hibridación y geometría de la materia prima.

#### III. Antecedentes.

- Reacciones de adición nucleofílica sobre el grupo carboxilo.
- Derivados de ácidos carboxílicos y su reactividad relativa.
- Mecanismos de reacción de la esterificación de Fischer.
- Métodos sintéticos para obtención de benzocaína y sus usos.
- Propiedades físicas, químicas y toxicológicas (CRETIB) de reactivos y productos.

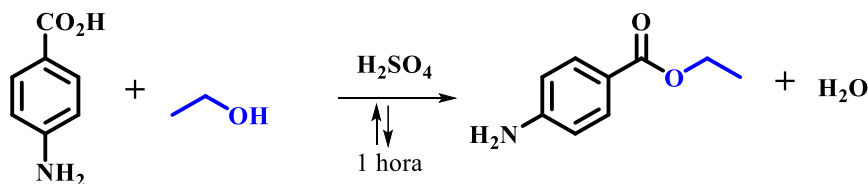
#### IV. Reactivos.

| Reactivos                   | Cantidad |
|-----------------------------|----------|
| Ácido 4-amino benzoico      | 0.5      |
| Etanol                      | 5 mL     |
| Ácido Sulfúrico concentrado | 0.8 mL   |
| Hidróxido de sodio 10% m/v  | 9 mL     |

## V. Material.

|                                       |   |   |   |
|---------------------------------------|---|---|---|
| Agitador de vidrio                    | 1 | Parrilla de calentamiento con agitación     | 1 |
| Barra para agitación magnética        | 2 | Pinzas de 3 dedos con nuez                  | 2 |
| Bomba de agua sumergible con          | 1 | Pinzas de 3 dedos con nuez para microescala | 2 |
| Cámara de elución con tapa            | 1 | Pipeta graduada de 1 mL                     | 2 |
| Embudo Büchner con alargadera         | 1 | Probeta graduada de 10 mL                   | 1 |
| Embudo de filtración rápida           | 1 | Recipiente de peltre para baño de hielo     | 1 |
| Espátula de acero inoxidable          | 1 | Recipiente de plástico para hielo           | 1 |
| Frasco vial                           | 2 | Refrigerante de agua con 3 mangueras        | 2 |
| Matraz bola de fondo plano de 10 mL   | 1 | Trampa de humedad                           | 1 |
| Matraz bola de fondo plano de 25 mL   | 1 | Vaso de precipitados de 30 mL               | 2 |
| Matraz Erlenmeyer de 25 mL            | 2 | Vidrio de reloj                             | 2 |
| Matraz Kitasato de 50 mL con manguera | 1 |   |   |

## VI. Reacción y Relación Estequiométrica



| Reacción 1: Benzocaina       | Ácido 4-aminobenzoico | EtOH        | Benzocaina |
|------------------------------|-----------------------|-------------|------------|
| Masa molar (g/mol)           | 137                   | 46          | 165.17     |
| Masa (g)                     | 0.5                   | 3.96 (5 mL) |            |
| Densidad (g/mL)              | /                     | 0.79        | /          |
| Cantidad de sustancia (mmol) |                       |             |            |
| Equivalentes químicos        |                       |             |            |

## VII. Procedimiento.

### 1) Benzocaina.

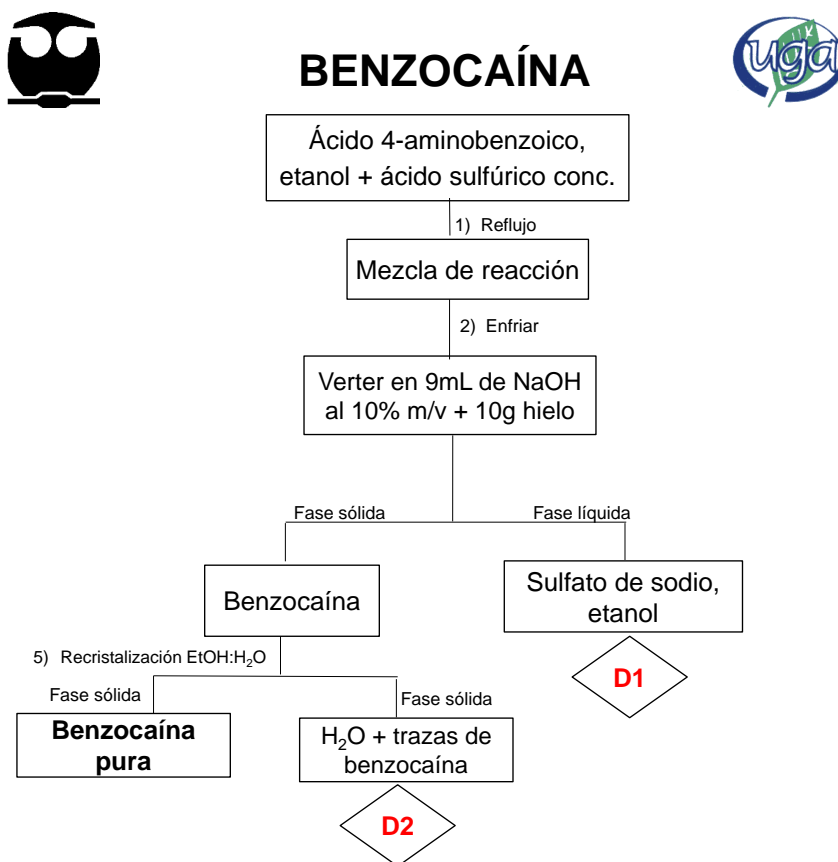
En un matraz redondo de fondo plano de 25 mL provisto de una barra para agitación magnética, pese y coloque 0.5 g de ácido *p*-amino benzoico y 5 mL de etanol, enseguida adicione lentamente 0.8 mL de ácido sulfúrico concentrado, adapte un refrigerante en posición de reflujo. Lleve la mezcla de reacción a calentamiento bajo reflujo y agitación magnética por un lapso de 1 hora para favorecer que toda la materia prima complete la reacción.

Permita que la mezcla de reacción llegue a temperatura ambiente y vierta ésta dentro de un vaso de precipitado que contenga 9 mL de solución de NaOH 10% m/v y aproximadamente 10 g de hielo, agite hasta que precipite el *p*-amino benzoato de etilo (benzocaína), verifique el pH de la mezcla, si es necesario agregue más disolución de NaOH hasta lograr  $pH = 9-10$  y filtre al vacío. Guarde un poco de producto crudo para verificar su punto de fusión.

Purifique la benzocaína obtenida por recristalización de etanol/agua (par de disolventes), filtre al vacío los cristales obtenidos, seque el producto determine el punto de fusión del producto *crudo* vs. recristalizado.

Realice una placa de CCF comparando el ácido *p*-amino benzoico vs. Benzocaína, empleando mezcla de eluyentes Hex:AcOEt 1:1.

### VIII. Manejo de Residuos.



**D1:** Desechar la disolución por el drenaje si presenta un pH neutro. En caso contrario, neutralizar primero y luego desechar .  
**D2:** Adsorber sobre carbón activado e incinerar. La fase sólida se neutraliza y desecha.

**Figura 3.** Diagrama de flujo de la síntesis de benzocaína y su manejo de residuos.



## **IX. Cuestionario.**

1. ¿Podría utilizarse ácido sulfúrico diluido para la Esterificación de Fischer?
2. Si se desea eliminar el agua del seno de la reacción para desplazar el equilibrio hacia la formación del éster ¿cómo modificaría la técnica empleada?
3. ¿Daría buenos resultados usar ácido 4-aminobenzoico en exceso, en lugar de etanol?

## **X. Bibliografía.**

1. Carey F. A.; Giuliano R. M. Química Orgánica **2014**, Editorial McGraw Hill, 9<sup>na</sup> Edición, México.
2. Kenneth, W. Macro and Microscale Organic Experiments **2010**, Editorial Cengage Learning, 6<sup>ta</sup> Edición, Estados Unidos de Norteamérica.
3. Ávila, G.; García, C. *et al* Química Orgánica. Experimentos con un Enfoque Ecológico **2009**, Dirección General de Publicaciones y Fomento Editorial, UNAM, 2<sup>da</sup> Edición, México.
4. Mayo, D. W.; Pike, R. M; Trumper, P. K. Microscale Organic Laboratory **1994**, 3<sup>era</sup> Edición, Editorial John Wiley & Sons Inc. Estados Unidos de Norteamérica.
5. Vogel, A. I. Textbook of Practical Organic Chemistry **1996**, Editorial Prentice-Hall, 5<sup>ta</sup> Edición, Londres, Inglaterra.
6. Pavia, D.L Introduction to Organic Laboratory Techniques, a Microscale Approach **2006**, Editorial Cengage Learning, 4<sup>ta</sup> Edición, Estados Unidos de Norteamérica.

---

# PRÁCTICA 2B



## DERIVADOS DE ÁCIDOS CARBOXÍLICOS

### SÍNTESIS DE PARACETAMOL

---

#### I. Objetivos.

- Obtener amidas mediante una acetilación de una amina aromática primaria, de manera sencilla y regioselectiva.
- Sintetizar paracetamol a partir del 4-aminofenol y anhídrido acético.

#### II. Información.

La reacción de acetilación es una reacción de sustitución donde se introduce un grupo acetilo ( $\text{CH}_3\text{CO}$ ) y se desplaza un hidrógeno activo de un grupo hidroxilo ( $\text{OH}$ ) o un grupo amino ( $\text{NH}_2$ ). Cuando se desplaza el átomo de hidrógeno de un hidroxilo se obtiene un éster (acetato en específico), mientras que cuando se desplaza el átomo de hidrógeno de una amina se obtienen amidas.

El grupo acetilo funge perfectamente como un grupo protector de hidroxilos, es muy empleado en la síntesis de productos farmacéuticos inhibidores no selectivos de la *COX-1*, de alta demanda tales como: aspirina y paracetamol, donde la función del grupo acetilo permite el acceso de forma más eficiente a la membrana celular del fármaco. También se emplea en otro tipo de productos químicos por ejemplo, en la síntesis de “*drogas recreativas*” tales como la heroína (diacetato de morfina) o el acetato de THC (acetato de tetrahidrocanabinol), la presencia del grupo acetilo en este tipo de compuestos permite un acceso más rápido al interior de las células y de esta manera tener un efecto farmacológico más rápido y sostenido. También se ha utilizado recientemente para alargar la vida útil de la madera al acetilar los hidroxilos libres presentes en la celulosa y lignina que forman parte de su estructura.

#### III. Antecedentes.

- Diferentes reactivos acetilantes para alcoholes y aminas.
- Nomenclatura, síntesis y propiedades fisicoquímicas de amidas.
- Métodos sintéticos para obtención de paracetamol y sus usos.
- Propiedades físicas, químicas y toxicológicas (CRETIB) de reactivos y productos.

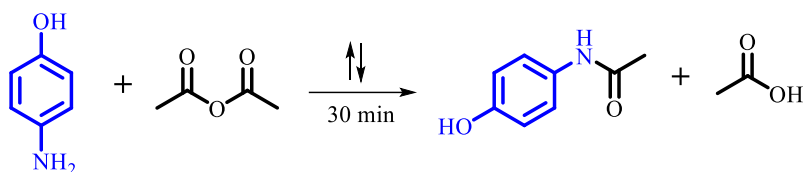
## Reactivos. Paracetamol

| Reactivos         | Cantidad |
|-------------------|----------|
| 4-amino fenol     | 0.4 g    |
| Anhídrido acético | 0.35 mL  |

### IV. Material: Paracetamol

|  |   |   |   |
|--|---|---|---|
| Agitador de vidrio                     | 1 | Matraz Erlenmeyer de 50 mL                        | 1 |
| Barra para agitación magnética         | 2 | Matraz Kitasato de 50 mL con manguera             | 1 |
| Bomba de agua sumergible con mangueras | 1 | Parrilla de agitación magnética con calentamiento | 1 |
| Cámara de elución con tapa             | 1 | Pinzas de tres dedos con nuez                     | 2 |
| Embudo Büchner con alargadera          | 1 | Pinzas de 3 dedos para microescala                | 1 |
| Embudo de filtración rápida            | 1 | Pipeta graduada de 1 mL                           | 4 |
| Espátula de acero inoxidable           | 1 | Recipiente peltre                                 | 1 |
| Frasco vial                            | 2 | Refrigerante de agua con mangueras                | 1 |
| Matraz bola de fondo plano de 10 mL    | 2 | Vaso de precipitados de 50 mL                     | 2 |
| Matraz Erlenmeyer de 25 mL             | 2 | Vidrio de reloj                                   | 2 |

### Reacción y Relación Estequiométrica



| Reacción Paracetamol         | 4-amino fenol | Ac <sub>2</sub> O | Paracetamol |
|------------------------------|---------------|-------------------|-------------|
| Masa molar (g/mol)           | 109           | 102               | 151         |
| Masa (g)                     | 0.4           | 0.378 (0.35 mL)   |             |
| Densidad (g/mL)              | /             | 1.08              | /           |
| Cantidad de sustancia (mmol) |               |                   |             |
| Equivalentes químicos        |               |                   |             |

### V. Procedimiento

En un matraz redondo de fondo plano de 10 mL provisto de una barra de agitación magnética, adicione 0.35 mL de anhídrido acético, 0.4 g de 4-amino fenol y 0.5 mL de agua. Adapte un refrigerante en posición de reflujo y lleve la mezcla de reacción a reflujo de agua con agitación magnética por lapso de 30 minutos. Finalizado el tiempo de reacción, permita que la mezcla de reacción se enfríe ligeramente y proceda a introducir el matraz dentro de un baño de hielo por

unos 10 minutos hasta que precipite el producto. Filtre el sólido al vacío y lave con agua fría, guarde un poco de paracetamol sin recrystalizar.

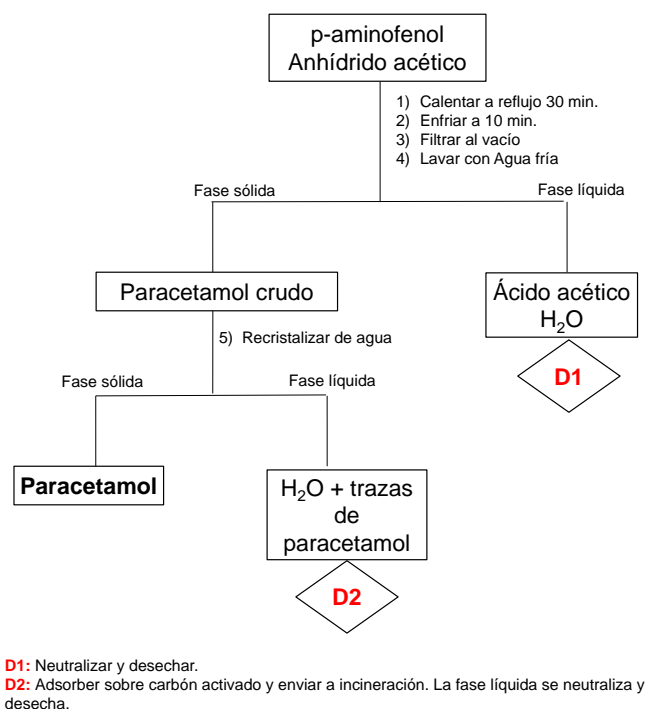
Purifique el paracetamol obtenido mediante recrystalización de agua, el paracetamol tiene un ligero color violeta, si así lo considera necesario emplee carbón activado. Filtre los cristales obtenidos al vacío, pese el sólido obtenido y calcule el rendimiento experimental de la reacción por último determine y compare el punto de fusión del paracetamol crudo vs. recrystalizado.

Realice una cromatografía en capa fina para comprobar la pureza tanto del reactivo (4-amino fenol) y del producto obtenido.

## VI. Manejo de Residuos.



# PARACETAMOL



**Figura 4.** Diagrama de flujo de la síntesis de paracetamol y su manejo de residuos.

## VII. Cuestionario.

1. ¿Podría utilizarse ácido acético en lugar del anhídrido acético para preparar el paracetamol?
2. ¿Por qué en la síntesis de paracetamol no empleamos cloruro de acetilo en lugar de anhídrido acético?

### VIII. Bibliografía.

1. Carey F. A.; Giuliano R. M. Química Orgánica **2014**, Editorial McGraw Hill, 9<sup>na</sup> Edición, México.
2. Kenneth, W. Macro and Microscale Organic Experiments **2010**, Editorial Cengage Learning, 6<sup>ta</sup> Edición, Estados Unidos de Norteamérica.
3. Ávila, G.; García, C. *et al* Química Orgánica. Experimentos con un Enfoque Ecológico **2009**, Dirección General de Publicaciones y Fomento Editorial, UNAM, 2<sup>da</sup> Edición, México.
4. Mayo, D. W.; Pike, R. M; Trumper, P. K. Microscale Organic Laboratory **1994**, 3<sup>era</sup> Edición, Editorial John Wiley & Sons Inc. Estados Unidos de Norteamérica.
5. Vogel, A. I. Textbook of Practical Organic Chemistry **1996**, Editorial Prentice-Hall, 5<sup>ta</sup> Edición, Londres, Inglaterra.
6. Pavia, D.L Introduction to Organic Laboratory Techniques, a Microscale Approach **2006**, Editorial Cengage Learning, 4<sup>ta</sup> Edición, Estados Unidos de Norteamérica.
7. Valeur, B.; Berberan-Santos, M. N. *Molecular Fluorescence: principles and applications* **2012**, Wiley-VCH, 2<sup>da</sup> Edición, Weinheim Alemania.
8. Sauer, M.; Hopkens, J.; Enderlein, J. Handbook of fluorescence spectroscopy and imaging **2011**, Wiley-VCH, 1<sup>era</sup>, Weinheim, Alemania.
9. Pay, A. L.; Kovash, C.; Loge, B. A. *J. Chem. Educ.* **2017**, 94(10), 1580-1583.
10. Burgess, K.; Ueno, Y.; Jiao, G.S. *Synthesis* **2004**, (15), 2591-2593.

---

# ANÁLISIS DE CASO 1A



---

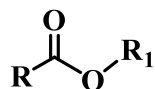
## DERIVADOS DE ÁCIDOS CARBOXÍLICOS

---

**Objetivo.** Evaluar y analizar un problema sintético real y dar posibles soluciones con bases científicas al mismo.

### Introducción.

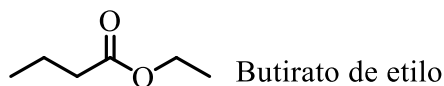
Los ésteres son compuestos orgánicos, los cuales se clasifican como derivados de ácidos carboxílicos, con estructura general como se ilustra a continuación, donde R1 puede ser un grupo: alquilo, arilo, vinilo, etc, pero nunca H.



Éstos son normalmente obtenidos mediante la típica reacción de esterificación de Fischer: la cual se lleva a cabo mediante la reacción de un ácido carboxílico y un alcohol catalizada por ácido sulfúrico y la presencia de calor considerable.

Es conocido que varios ésteres presentan aromas agradables y en especial frutales, por lo cual son empleados varios de ellos ya sean naturales como sintéticos en la industria de fragancias y saborizantes.

Específicamente el butirato de etilo es un compuesto líquido que presenta aroma frutal a piña y naranja y suele adicionarse en la industria alimenticia como aromatizante artificial en bebidas con sabor frutales diversos.



## Problema.

En la planta de la empresa Tulip Aromatics, que se encuentra ubicada en Huixquilucan (Edo. Mex.), se desea implementar la obtención del butirato de etilo como saborizante alimenticio. Para la cual se debe realizar primero pruebas en el laboratorio y luego escalarlo a planta piloto y por ultimo a nivel macro.

A continuación, se muestra el listado de reactivos, disolventes y material de cristalería disponible en el laboratorio de la planta Tulip Aromatics.

|                    |                                |   |
|--------------------|--------------------------------|---|
| Acetato de etilo   | Sulfato de sodio anhidro       | HCl 37%                                   |
| Diclorometano      | Tamiz molecular 3Å             | H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 98%        |
| Éter etílico       | Silica gel                     | HNO <sub>3</sub> 70%                      |
| Tetrahidrofurano   | Cloruro de sodio               | H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> 85%        |
| Benceno            | K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> | Ácido de Meldrum                          |
| Diclorometano      | NaHCO <sub>3</sub>             | Ácido <i>p</i> -toluensulfónico           |
| Acetona            | Hidróxido de amonio            | CH <sub>3</sub> CO <sub>2</sub> H glacial |
| Acetonitrilo       | Cloruro de oxalilo             | Ácido butírico                            |
| Metanol            | NaOH lentejas                  | Ácido benzoico                            |
| Etanol             | Cloruro de calcio              | Hielo de agua                             |
| <i>i</i> -Propanol | Agua destilada                 | <i>n</i> -BuLi                            |
| <i>n</i> -Butanol  | Hielo seco                     | Acetofenona                               |
| H <sub>2</sub>     | N <sub>2</sub>                 | Benzofenona                               |
| Na metálico        | NaBH <sub>4</sub>              | LiAlH <sub>4</sub>                        |

|  |  |
|--|--|
| Matraces bola de fondo plano de 25, 50, 100 mL     | Refrigerantes de agua                            |
| Columns Vigreux                                    | Agitadores magnéticos                            |
| Parrillas de calentamiento con agitación magnética | Vasos de precipitado de 10, 20, 50, 100, 200 mL  |
| Probetas de vidrio de 20, 50, 100 y 150 mL         | Matraces Erlenmeyer de 20, 50, 100, 150 y 200 mL |
| Embudos de filtración rápida                       | T de destilación                                 |
| Termómetros de alcohol de -20-250° C               | Portatermómetros                                 |
| Trampas Dean-Stark                                 | Colectores                                       |
| Embudo de extracción de 100, 250 mL                | Vidrios de reloj                                 |
| Matríz Kitasato de 50, 100, 200 mL                 | Embudos Büchner                                  |
| Papel filtro                                       | Papel indicador de pH                            |
| Pipetas de 1, 5, 10 mL                             | Trampa de humedad                                |
| Espátulas de acero inoxidable                      | Agitadores de vidrio                             |
| Trampas de Claisen                                 | Gradillas de plástico                            |
| Tubos de ensaye                                    | Balanza analítica                                |
| Pinzas de 3 dedos con nuez                         | Cámaras de elución con tapa                      |
| Cámara de luz UV                                   | Mangueras de agua y de vacío                     |

## Cuestiones.

1. Debes proponer y redactar un procedimiento experimental para la síntesis de laboratorio y su respectiva purificación de butirato de etilo para obtener el mayor rendimiento posible mediante esterificación de Fischer-Speier.
2. Justifica con bases científicas cada uno de los pasos sintéticos y experimentales que estás proponiendo.
3. Incluye los cálculos, así como la tabla de variación de especies para la obtención de 15 gramos de butirato de etilo.
4. Dibuja el mecanismo de reacción de Fischer-Speier que justifique la esterificación de Fischer respectiva.
5. Es conocido que la esterificación de Fischer-Speier es una reacción reversible, investiga y propón métodos químicos o físicos que solucione este problema.
6. Realiza un análisis de costo de los reactivos que estás proponiendo.
7. Además de la esterificación de Fischer-Speier propón algún otro método de síntesis para el butirato de etilo, con su respectivo análisis de costo para verificar cual método es más viable.

## Bibliografía

1. Paludo, N.; Alves, J.S.; Altmann, C.; Ayub, M.A.Z; Fernandez-LaFuente, R; Rodrigues, R.C. **Ultrasonics Sonochemistry**, 2015, 22, 89-94.
2. Otera Junzo & Nishikido Joji. (2010). Esterification: Methods, reactions and applications. Febrero, 20, 2021, de Wiley-VCH Sitio web: [https://books.google.com.mx/books?hl=es&lr=&id=8Hm6wKpc86cC&oi=fnd&pg=PR5&dq=ethyl+butyrate+synthesis+esterification&ots=rPh4OEiLzX&sig=1HTI-zKJeUXaJtKmufqc52Oh\\_lg#v=onepage&q=ethyl%20butyrate%20synthesis%20esterification&f=false](https://books.google.com.mx/books?hl=es&lr=&id=8Hm6wKpc86cC&oi=fnd&pg=PR5&dq=ethyl+butyrate+synthesis+esterification&ots=rPh4OEiLzX&sig=1HTI-zKJeUXaJtKmufqc52Oh_lg#v=onepage&q=ethyl%20butyrate%20synthesis%20esterification&f=false)



---

## ANÁLISIS DE CASO 1B



### DERIVADOS DE ÁCIDOS CARBOXÍLICOS

---

Joaquín es estudiante de la Facultad de Química y está trabajando en sus fines de semana en un establecimiento de hamburguesas, donde se percata del desperdicio de guantes y de la gran cantidad de envases de PET generado como desperdicio de las bebidas refrescantes. Además, él sabe que existe contaminación de los guantes de PVC hacia los alimentos, ya que en sus ratos libres leyó un artículo que habla de ello, *New Study Find Toxic Chemicals in some Plastic Gloves use McDonalds's, Burger King and Wendy's. 25 de julio del 2019*<sup>1</sup>

En este artículo se menciona que se encontró que algunos guantes usados en establecimientos como Wendy's, Burger King y McDonald's contienen ftalatos, según el informe de la Coalition for Safer Food Processing & Packaging, una alianza nacional de organizaciones (EEUU) sin fines de lucro de salud pública. Por el contrario, los guantes usados y muestreados en los restaurantes Panera Bread, Starbucks y Subway están elaborados con polietileno y son más seguros.

Joaquín revisó las cajas de los guantes que utiliza en el establecimiento y se percató que son de PVC, los cuales contienen *orto*-ftalatos. Investigó y encontró que más o menos un 10% la comida que se sirve empleando estos guantes tiene una contaminación debido a *o*-ftalatos, según un estudio realizado.<sup>1</sup>

Los guantes que emplea en su trabajo son de la marca Adenna®, con la cual se realizó el estudio y al revisar la caja encontró que el contenido de ellos:



**Figura 1.** Guantes marca Adenna.

**Tabla 1.** Composición química de los guantes Adenna.

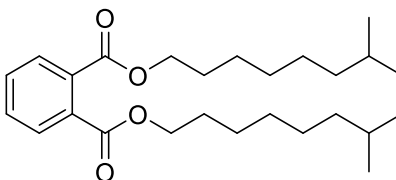
| Compuesto                           | %    |
|-------------------------------------|------|
| Cloruro de polivinilo               | 48.5 |
| Ftalato de di-isononilo (DINP)      | 41.3 |
| Adipato de di-octilo (DOA)          | 4.8  |
| Di-isobutirato de pentandiol (TXIB) | 2.4  |
| Aceite de soja                      | 1.5  |
| Zinc-Calcio estabilizador           | 1.5  |

Con estos datos comenzó a cuestionarse ¿cómo se podría comprobar o realizar una metodología para separar el ftalato de di-isonolilo de los guantes?

Ayuda a Joaquín a solucionar este problema con lo siguiente:

1.- Investiga las características físicas, químicas de estos ftalatos para hacer las propuestas.

2.- ¿Cómo podrías conseguir aislar el *o*-ftalato de di-isonolilo de los guantes de PVC?



**Figura 2.** *o*-Ftalato de di-isonolilo.

Según lo investigado por Joaquín, lo llevó a proponer que una vez aislado el ftalato de diisonolilo lo haría reaccionar en presencia de NaOH.

3.- ¿Cuáles son los productos que se obtienen de esta reacción? Se sabe que uno de ellos es el ácido ftálico o anhídrido ftálico? ¿Cuáles son las propiedades físicas y químicas de ellos? Teniendo los productos de la reacción anterior ¿Cómo los separarías?

En el artículo que Joaquín revisó, observó que se obtienen 11 gramos del anhídrido ftálico de 20 guantes que se trabajaron en la extracción del DINP.

Por lo que pensó en recuperar este reactivo de los guantes para posteriores reacciones. Con los datos del fabricante de ellos y la reacción con NaOH:

4.- ¿Cuál es el rendimiento total del anhídrido ftálico partiendo del DINP? Si ahora se quisiera obtener 58 g de anhídrido ftálico ¿De cuántos guantes se tendría que partir?

La reacción en la que utilizará Joaquín este anhídrido ftálico recuperado es la propuesta por uno de sus profesores de química orgánica, el cual requiere obtener la ftalamida para una futura reacción de amidación.

El profesor le indica que hay un exceso de urea en el laboratorio, que se usó en otro proyecto y podría usarla para la obtención de la ftalamida.

5.- Propón una reacción para la síntesis de la ftalamida.

6. Casi para culminar esta investigación, y poder realizar un informe de trabajo, el profesor le solicita a Joaquín que sintetice el ácido antranílico empleando un blanqueador (hipoclorito de sodio), para poder ser usado en los laboratorios de química orgánica III.

7.- Ahora, propón una reacción de amidación con al ácido antranílico, para obtener un producto de interés para el ser humano.

8.- Finalmente, realiza un informe de trabajo con todas las propuestas que hiciste, no olvides justificarlas ampliamente con bases y datos científicos, por lo que debes incluir la bibliografía consultada para ello.

### **Bibliografía.**

- 1) <https://www.ecocenter.org/healthy-stuff/gloves-2019>, Lauren Olson, Science Campaign. Email: [laureno@ecocenter.org](mailto:laureno@ecocenter.org).

---

# PRÁCTICA 3



## LIPIDOS

### SAPONIFICACIÓN DE TRIMIRISTINA

---

#### I. Objetivos.

- Realizar una reacción de hidrólisis alcalina (saponificación) de un triglicérido.
- Obtener ácido mirístico a partir de trimiristina.

#### II. Información.

La hidrólisis alcalina de triglicéridos o algunos aceites vegetales se conoce comúnmente como saponificación de grasas, ya que se forma una sal sódica o potásica del ácido graso correspondiente mejor conocido como jabón, de ahí el nombre de la reacción *sapon* = jabón (latín).

La disociación de las grasas mediante un medio básico es un proceso exotérmico, sin embargo se requiere adicionarle calor al sistema para que se complete la reacción.

#### III. Antecedentes.

- Ácidos grasos superiores.
- Reacción de hidrólisis de ésteres: hidrólisis ácida vs hidrólisis alcalina.
- Reacción de saponificación.
- Jabones: definición, obtención, composición.
- Índice de saponificación.
- Usos del ácido mirístico.
- Propiedades físicas, químicas y toxicológicas (CRETIB) de reactivos y productos.

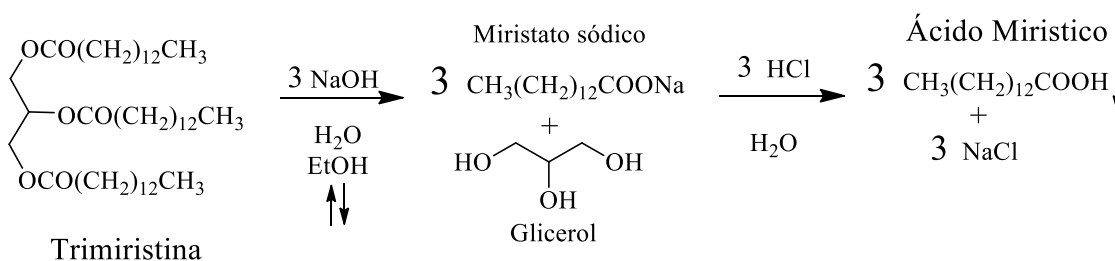
#### IV. Reactivos.

|                            |        |                           |       |
|----------------------------|--------|---------------------------|-------|
| Trimiristina               | 0.5 g  | Hexano                    | 5 mL  |
| Etanol                     | 10 mL  | Metanol                   | 10 mL |
| Éter etílico               | 5 mL   | Ácido Clorhídrico 20% v/v | 10 mL |
| Hidróxido de sodio 20% m/v | 2.5 mL | Agua destilada            | 10 mL |

## V. Material.

|  |   |   |   |
|--|---|---|---|
| Bomba de agua sumergible con mangueras | 1 | Parrilla de agitación magnética con calentamiento | 1 |
| Barra para agitación magnética         | 1 | Pinzas de 3 dedos con nuez                        | 2 |
| Embudo Büchner con alargadera          | 1 | Probeta graduada de 10 mL                         | 1 |
| Espátula de acero inoxidable           | 1 | Pipeta graduada de 5 mL                           | 1 |
| Embudo de filtración rápida            | 1 | Agitador de vidrio                                | 1 |
| Matraz Erlenmeyer de 25 mL             | 1 | Refrigerante para agua con mangueras              | 1 |
| Cámara de elución con tapa             | 2 | Matraz bola de fondo plano de 25 mL               | 1 |
| Matraz Kitazato de 50 mL con manguera  | 1 | Vidrio de reloj                                   | 1 |
| Embudo de sólidos                      | 1 | Recipiente de peltre                              | 1 |
| Frasco vial                            | 2 | Vaso de precipitado de 50 mL                      | 2 |

## VI. Reacción y Relación Estequiométrica



| Saponificación Trimiristina  | Trimiristina | NaOH | Ácido Mirístico |
|------------------------------|--------------|------|-----------------|
| Masa molar (g/mol)           | 722          | 40   | 228             |
| Masa (g)                     | 0.5          |      |                 |
| Cantidad de sustancia (mmol) |              |      |                 |
| Equivalentes químicos        |              |      |                 |

## VII. Procedimiento.

En un matraz bola de fondo plano de 25 mL provisto de barra magnética, agregue 0.5 g de trimiristina, 10 mL de etanol y 2.5 mL de una disolución de hidróxido de sodio al 20% m/v. Adapte un sistema de reflujo y caliente la mezcla de reacción a reflujo por lapso de 1 hora, para favorecer que todo el triglicérido se haya transformado en la respectiva sal sódica soluble.

Vierta la mezcla de reacción dentro de un vaso de precipitados que contenga aproximadamente unos 10 gramos de hielo y 10 mL de solución de ácido clorhídrico al 20% v/v, agite vigorosamente la disolución por 10 minutos, deje reposar y verifique el pH.

Diluya la disolución con 10 mL de agua destilada, filtre al vacío el sólido formado y lávelo tres veces con 2 mL de agua helada.

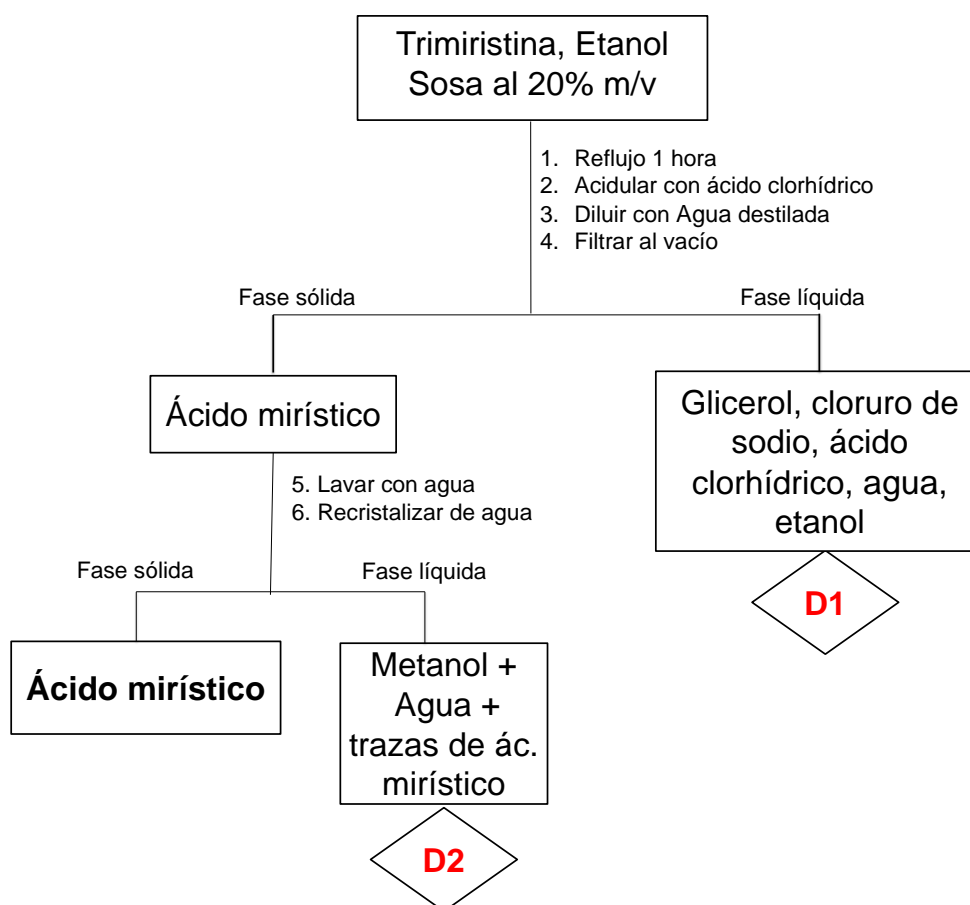
Purifique el ácido mirístico obtenido por recrystalización por par de disolventes de metanol-agua, seque y pese el producto obtenido, con base a la masa recuperada calcule el rendimiento y determine el punto de fusión experimental y compárelo con el punto de fusión de la trimiristina.

Nota: No observable en el video (Realice una cromatoplaaca de CCF para comprobar la pureza del producto, comparándola con la materia prima: trimiristina, empleando como eluyente: Hex:Et<sub>2</sub>O 1:1, de ser necesario revele la cromatoplaaca con vapores de I<sub>2</sub>).

### VIII. Manejo de Residuos.



## ÁCIDO MIRÍSTICO



**D1:** Si es necesario neutralice el ácido y emulsificar el glicerol.

**D2:** Neutralizar y desechar, debido a que el porcentaje de metanol es menor al 10%

**Figura 1.** Diagrama de flujo de la obtención de ácido mirístico y su manejo de residuos.

## **IX. Cuestionario.**

1. ¿Qué evidencia del procedimiento experimental sugiere que el producto aislado es el ácido Mirístico y no la trimiristina o un producto de competencia de reacción?
2. ¿Qué efecto puede tener en el procedimiento de aislamiento si la disolución acuosa de ácido clorhídrico al 20% v/v sólo contiene el 1% de ácido clorhídrico?
3. Describa las ventajas de las reacciones de saponificación sobre la catálisis ácida para la hidrólisis de la trimiristina
4. ¿Con base a tus conocimientos de cristalización sugiere porque el metanol es el disolvente ideal y no el etanol para la recristalización del ácido Mirístico?

## **X. Bibliografía.**

1. Carey F. A.; Giuliano R. M. Química Orgánica **2014**, Editorial McGraw Hill, 9<sup>na</sup> Edición, México.
2. Doyle, P.M.; Mungall, W. Experimental Organic Chemistry **1980**, John Willey & Sons Inc. Estados Unidos de Norteamérica.
3. Ávila, G.; García, C. *et al* Química Orgánica. Experimentos con un Enfoque Ecológico **2009**, Dirección General de Publicaciones y Fomento Editorial, UNAM, 2<sup>da</sup> Edición, México.

---

## ANÁLISIS DE CASO 2



### BIODIESEL COMO ALTERNATIVA MÁS ECOLÓGICA

---

**Objetivo.** Evaluar y analizar un problema sintético real y dar posibles soluciones con bases científicas al mismo.

#### **Introducción.**

Un gran problema al que la sociedad moderna se enfrenta en la actualidad, es el relacionado con el consumo y la generación de energía de fuentes que no dañen ecológicamente al planeta. Este sigue siendo un reto muy importante que la humanidad sigue intentando resolver de múltiples formas. En este sentido una de las propuestas que se han planteado para ayudar a disminuir el impacto ambiental es el uso de combustibles derivados de biodiesel.

Una de las empresas que más fuertemente ha desarrollado este tipo de tecnología es la empresa Finlandesa NESTE, cuya división de combustibles para aviones llamada “Neste MY Sustainable Aviation Fuel” se encarga de la producción de biodiesel para la industria de la aviación. Su tecnología, argumentan, puede ayudar a disminuir hasta 80% de las emisiones de GHG comparada con un combustible aeronáutico convencional.

#### **Problemática.**

Para poder producir dicho combustible se puede utilizar el aceite de soya o aceite de girasol y etanol. Cabe mencionar que en ambas materias primas el sustrato que da origen al biodiesel se encuentra en forma de **triglicérido**. Y todo se calcula en función del componente más abundante en dichas materias primas.

En el proceso que la empresa ha desarrollado se sigue el siguiente protocolo:

- 1) Mezclar el alcohol con la cantidad necesaria de NaOH y agitar por el tiempo que sea requerido hasta la disolución total del NaOH.
- 2) En otro recipiente se agrega el respectivo aceite de la semilla especificada y se calienta hasta que la temperatura interna sea de 50° C.
- 3) Una vez alcanzada la temperatura correcta se agrega al recipiente que contiene el aceite, la mezcla de alcohol y NaOH lentamente y con agitación constante.



- 4) Se calienta a la temperatura de 50° C y con agitación vigorosa durante 1h, pasado este tiempo se detiene el calentamiento y se retira la agitación dejando reposar por 2 h más la mezcla de reacción.
- 5) Después de dicho tiempo se observa la separación de dos fases (inferior y superior), las cuales se separan en dos contenedores diferentes: **A** (fase inferior) y **B** (fase superior).
- 6) El contenedor **B** es ahora puesto en contacto con una mezcla de agua y NaCl y dicha mezcla se somete a agitación vigorosa por 15 min, pasado este tiempo se deja reposar por 1h nuevamente, se observa la aparición de dos fases nuevamente.
- 7) Finalmente se separan de nuevo las fases en dos contenedores: **C** (fase inferior) y **D** (fase superior).

Sin embargo, en los tres últimos lotes que la empresa produjo los rendimientos fueron bajos y obviamente el impacto que tuvo en los costos fue sustancial ya que la eficiencia del proceso mermó.

Al revisar la bitácora de la empresa se registraron los siguientes datos para ambos lotes:

### Lote I

|                         |   |                        |
|-------------------------|---|------------------------|
| 50 Kg de aceite de soya | → | Se recuperó al final   |
| 4.5 Kg de NaOH          |   | 30.0 Kg biodiesel      |
| 25 L de etanol absoluto |   | 64% rendimiento aprox. |

### Lote II

|                         |   |                        |
|-------------------------|---|------------------------|
| 50 Kg de aceite de soya | → | Se recuperó al final   |
| 8.9 Kg de NaOH          |   | 36.2 Kg biodiesel      |
| 25 L de etanol 96°      |   | 76% rendimiento aprox. |

### Lote III

|                         |   |                        |
|-------------------------|---|------------------------|
| 50 Kg de aceite de soya | → | Se recuperó al final   |
| 8.9 Kg de NaOH          |   | 26.3 Kg biodiesel      |
| 5 L de etanol absoluto  |   | 56% rendimiento aprox. |

Con base a estos datos resuelva lo siguiente:

- 1) Describa mediante esquemas de reacción que es lo que ocurre en **cada etapa química** del proceso.

- 2) ¿Qué productos se encuentran en los contenedores **A** y **B** respectivamente? Dibuje las estructuras de los productos presentes.
- 3) ¿Qué productos se encuentran en los contenedores **C** y **D** respectivamente? Dibuje las estructuras de los productos presentes.
- 4) ¿Qué objetivo tiene el realizar las operaciones del punto 6 del procedimiento?
- 5) Analice las condiciones de los tres últimos lotes reportados por la empresa y **determine cual o cuales factores están generando los problemas en la eficiencia del proceso**. Con base en ello diseñe una serie de modificaciones que podrían resolver dicho problema de eficiencia.

Nota: un dato importante que observaron los operadores de los reactores donde se lleva a cabo el proceso, es que, en el lote II y lote III al final del procedimiento se precipitaron cantidades considerables de un sólido semipastoso en el contenedor **C**, y se sospecha que eso merma el rendimiento. ¿Qué es ese sólido que se forma?

Curiosamente si al contenedor C donde se encuentra dicha pasta se agrega HCl hasta pH=2 la pasta se transforma en un sólido fino que puede ser separado por filtración al vacío. ¿Cómo podría explicarse **MECANISTICAMENTE** la formación de dicho sólido en ambos casos?

- 6) El contenedor **A** tiene un compuesto que puede ser de valor agregado en la industria cosmética y farmacéutica y le interesa a la compañía separarlo para su posterior venta. Diseñe entonces una serie de operaciones que permitan la separación y/o purificación de dicho producto para poder venderlo independientemente.
- 7) **NOTA IMPORTANTE:** No olvide **JUSTIFICAR CLARA Y DETALLADAMENTE** cada una de las operaciones sugeridas para resolver los problemas de esta industria.

### **Bibliografía:**

1. <https://www.neste.com/products/all-products/aviation>
2. Ma, F.; Hanna, M.A. (1999). Biodiesel production: a review. Bioresource Technology, 70, 1-15. [https://doi.org/10.1016/S0960-8524\(99\)00025-5](https://doi.org/10.1016/S0960-8524(99)00025-5)
3. Atabani, A.E; Silitonga, A.S; Badrudinn, I.A; Mahlia, T.M.I; Masjuki, H.H; Mekhifel. (2012). A comprehensive review on biodiesel as an alternative energy resource and its characteristics. Renewable and Sustainable Energy Reviews, 16, 2070-2093. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2012.01.003>
4. U.S. Department of Agriculture. (2019). Oil, corn, industrial and retail, all purpose salad or cooking. Febrero 22, 2021, de USDA Sitio web: <https://fdc.nal.usda.gov/fdc-app.html#/food-details/171029/nutrients>
5. U.S. Department of Agriculture. (2019). Oil, soybean, salad or cooking. Febrero, 22, 2021, de USDA Sitio web: <https://fdc.nal.usda.gov/fdc-app.html#/food-details/171411/nutrients>

---

# PRÁCTICA 4A



## AMINOÁCIDOS & PÉPTIDOS

### SÍNTESIS DEL ÁCIDO HIPÚRICO

---

#### I. Objetivos.

- Ejemplificar la preparación de un enlace peptídico.
- Sintetizar ácido hipúrico a partir de glicina y cloruro de benzoilo.

#### II. Información.

Los aminoácidos son compuestos químicos que tienen la particularidad de mostrar un grupo ácido carboxílico y un grupo amino dentro de la misma molécula, y específicamente el grupo amino se ubica en el  $C\alpha$ , por lo cual se denominan  $\alpha$ -aminoácidos.

Cada  $\alpha$ -aminoácido presenta en el átomo de carbono adyacente al grupo carboxilo además del grupo amino una cadena  $R$ , la cual es única para cada aminoácido, al presentar 4 sustituyentes diferentes sobre el  $C\alpha$ , hace que los aminoácidos sean moléculas quirales y presenten actividad óptica, la única excepción es el aminoácido Glicina (Gly), donde su  $R$  es un segundo átomo de hidrógeno. Según las proyecciones de Fischer, todos los aminoácidos proteínogénicos son  $L$ -aminoácidos.

Así pues, los aminoácidos juegan un rol vital en la formación de bloques de proteínas así como intermediarios en el metabolismo de los seres vivos. Las proteínas catalizan la mayoría de las reacciones bioquímicas que se llevan a cabo en nuestro organismo. Para la existencia de la especie humana existen 21 aminoácidos, de los cuales el organismo puede sintetizar únicamente 11 (aminoácidos no esenciales), el resto deben ser ingeridos en la dieta diaria, de hacer falta al menos uno de esos aminoácidos el organismo procede a degradar proteínas musculares con el objetivo de obtener el o los aminoácidos requeridos. El cuerpo humano no almacena aminoácidos para un uso posterior, deben ser ingeridos diariamente en la dieta.

### III. Antecedentes.

1. Características de los aminoácidos.
2. Propiedades físicas y químicas de los aminoácidos.
3. Enlace peptídico.
4. Métodos sintéticos para obtención de aminoácidos.
5. Propiedades físicas, químicas y toxicológicas (CRETIB) de reactivos y productos.

### IV. Reactivos.

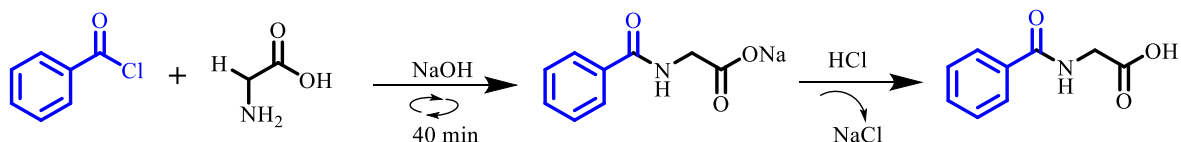
- El estudiante deberá llevar el día del experimento una jeringa de 3 mL.

| Reactivos                | Cantidad |
|--------------------------|----------|
| Glicina                  | 0.3 g    |
| Cloruro de benzoilo      | 0.5 mL   |
| Disolución NaOH 40 % m/v | 0.8 mL   |
| NaOH lenjetas            | 1.5 g    |
| HCl 50% v/v              | 2.0 mL   |
| Diclorometano            | 5 mL     |

### V. Material.

|                                       |   |   |   |
|---------------------------------------|---|---|---|
| Agitador de vidrio                    | 1 | Parrilla con agitación magnética            | 1 |
| Barra para agitación magnética        | 1 | Pinzas de tres dedos con nuez               | 2 |
| Embudo Büchner con alargadera         | 1 | Pinzas de 3 dedos con nuez para microescala | 1 |
| Embudo de filtración rápida           | 1 | Probeta graduada de 10 mL                   | 1 |
| Espátula de acero inoxidable          | 1 | Trampa de Claisen con tapón de hule         | 1 |
| Matraz bola de fondo plano de 10 mL   | 1 | Trampa de humedad entrada 14/23             | 1 |
| Matraz Erlenmeyer de 25 mL            | 2 | Vaso de precipitados de 30 mL               | 1 |
| Matraz Kitasato de 50 mL con manguera | 1 | Vidrio de reloj                             | 1 |

### VI. Reacción y Relación Estequiométrica



|                              | Cloruro de Benzoilo | Glicina | NaOH        | Ácido Hipúrico |
|------------------------------|---------------------|---------|-------------|----------------|
| Masa molar (g/mol)           | 140.57              | 75.07   | 40.0        | 179.18         |
| Masa (g)                     | 0.605 (0.5 mL)      | 0.3     | 0.32 (1 mL) |                |
| Densidad (g/mL)              | 1.21                | /       | /           | /              |
| Cantidad de sustancia (mmol) |                     |         |             |                |
| Equivalentes químicos        |                     |         |             |                |

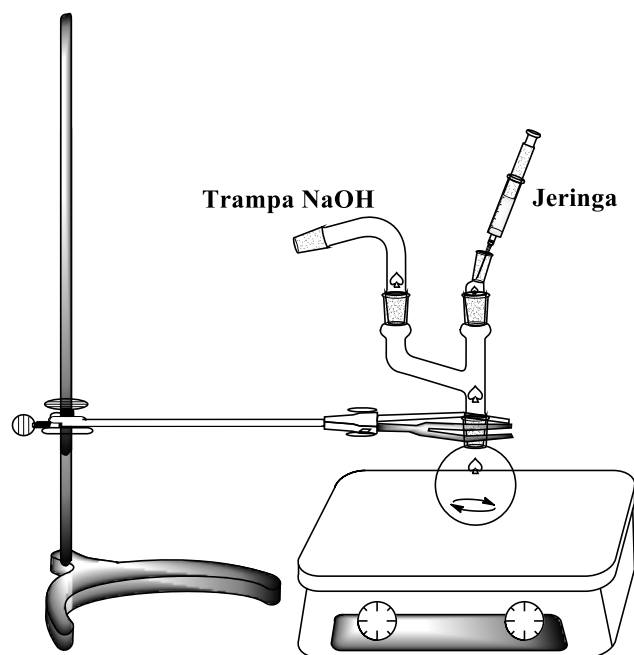
## VII. Procedimiento

Construya el sistema descrito en la **Figura 1**, dentro del matraz de fondo plano de 10 mL provisto con una barra para agitación magnética coloque 0.3 g de glicina y 2 mL de agua, agite magnéticamente hasta que la glicina se solubilice por completo, enseguida adicione 0.5 mL de cloruro de benzoilo. Adapte una trampa de Claisen y en la entrada lateral coloque una trampa de humedad que contenga en su interior 4 lentejas de NaOH y en la otra un tapón de hule y una jeringa que contenga 1 mL de disolución de NaOH al 40%.

Adicione gota a gota y con agitación magnética a temperatura ambiente la disolución de NaOH al 40%, una vez finalizada la adición se observan dos fases, continúe con la agitación por 40 minutos más a temperatura ambiente, conforme pase el tiempo desaparecerán las dos fases para aparecer una única fase.

Finalizado el tiempo, vierta el contenido del matraz en un vaso de precipitados de 30 mL y colóquelo dentro de un baño de hielo y adicione al vaso de precipitados gota a gota 2 mL de una solución de HCl al 50% hasta pH 2. Filtre al vacío el sólido formado, lave con 10 mL de agua destilada helada para eliminar los rastros de HCl, posteriormente lávelo con 5 mL de diclorometano, reserve un poco de producto crudo para verificar su punto de fusión.

Purifique el producto obtenido por recristalización de agua, filtre al vacío los cristales formados, seque y pese el producto. Determine punto de fusión de producto crudo vs. recristalizado. Con base a la masa obtenida de ácido hipúrico calcule el rendimiento experimental.

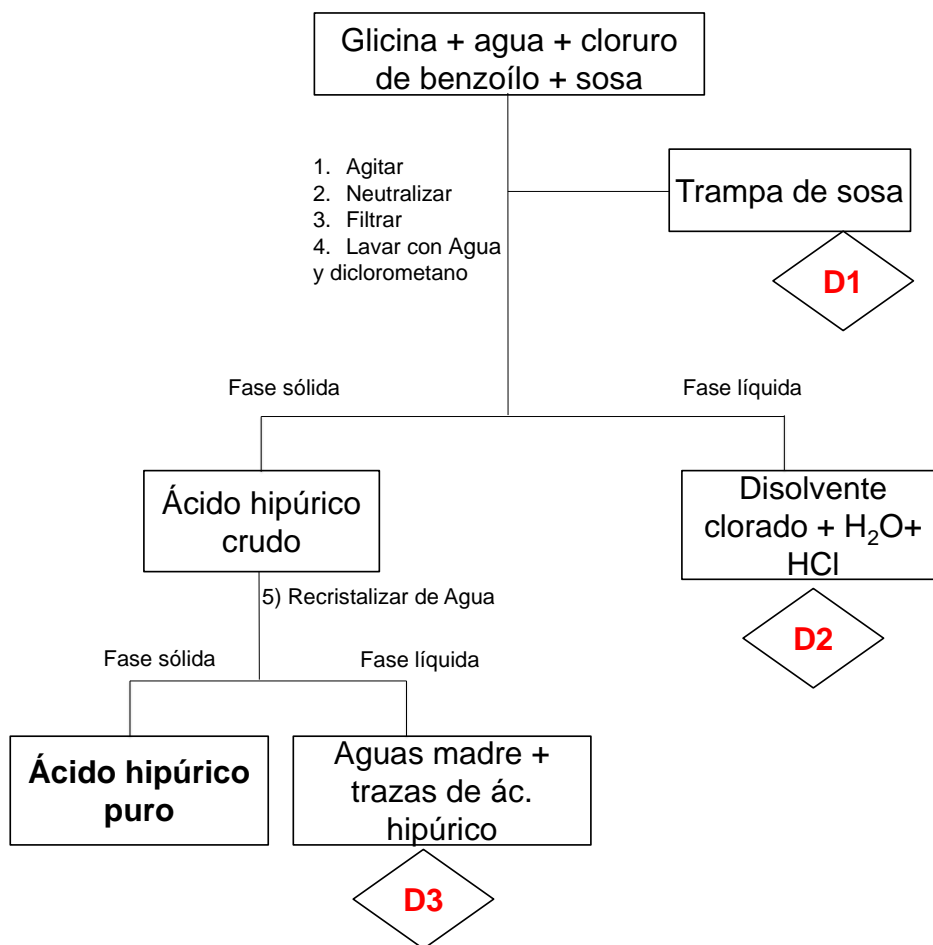


**Figura 2.** Sistema para la síntesis de ácido hipúrico.

## VIII. Manejo de Residuos.



# ÁCIDO HIPÚRICO



**D1:** Las hojuelas de sosa se disuelven en agua y se neutralizan.

**D2:** Destilar para recuperar el disolvente clorado. Neutralizar la cola del destilado.

**D3:** Neutralizar y eliminar por el drenaje.

**Figura 2.** Diagrama de flujo de la síntesis de ácido hipúrico y su manejo de residuos.

## **IX. Cuestionario.**

1. ¿De qué fuente natural se obtiene el ácido hipúrico?
2. ¿Por qué se adiciona lentamente el cloruro de benzoilo?
3. ¿Por qué se requiere que la mezcla de reacción de cloruro de benzoilo y glicina sea alcalina?
4. ¿Por qué hay dos fases al inicio de la reacción, y por qué desaparecen al final de la misma?

## **X. Bibliografía.**

1. Carey F. A.; Giuliano R. M. Química Orgánica **2014**, Editorial McGraw Hill, 9<sup>na</sup> Edición, México.
2. Kenneth, W. Macro and Microscale Organic Experiments **2010**, Editorial Cengage Learning, 6<sup>ta</sup> Edición, Estados Unidos de Norteamérica.
3. Ávila, G.; García, C. *et al* Química Orgánica. Experimentos con un Enfoque Ecológico **2009**, Dirección General de Publicaciones y Fomento Editorial, UNAM, 2<sup>da</sup> Edición, México.

---

# PRÁCTICA 4B



## AMINOÁCIDOS & PÉPTIDOS

### REACCIÓN *PSEUDO* SANGER / IDENTIFICACION DE AMINOÁCIDOS

---

#### I. Objetivos.

- Ejemplificar la reacción tipo Sanger para identificación del amino terminal de una cadena peptídica.
- Sintetizar derivados 2,4-dinitrofenil-AA por medio de una reacción  $S_NAr$ .
- Identificar cualitativamente diversos aminoácidos.
- Identificar y observar la presencia de aminoácidos en rastros de huellas dactilares.

#### II. Información.

La secuencia de aminoácidos constituye la estructura primaria de las proteínas, y es de gran importancia conocerla, actualmente se cuentan con métodos automatizados y muy eficientes para determinarla. Sin embargo, no siempre fue así, en 1945 Frederick Sanger un bioquímico inglés propuso una reacción de gran sencillez y de una relevancia incalculable para la época, una sobria reacción de  $S_NAr$ : empleando 2,4-dinitrofluorobenceno y haciéndolo reaccionar con algún péptido (nucleófilo) en cuestión, seguido de una hidrólisis ácida suave; de esta manera tan simple pero contrastante con lo laborioso que resultó: en 1953 pudo determinar la secuencia de los 51 AA que constituyen la insulina por lo cual fue galardonado con el premio Nobel de Química en 1958.<sup>3-4</sup>

Por otra parte, la identificación de aminoácidos de esta práctica se fundamenta en la formación de un complejo altamente colorido llamado Púrpura de Ruhemann que absorbe a 570 nm, es una sencilla reacción de formación de iminas entre una tricetona aromática (ninhidrina) que funciona perfectamente como grupo cromóforo y el grupo amino libre de los AA. En el campo de la criminalística se emplea esta reacción para la búsqueda y detección de huellas dactilares al presentarse en el sudor de las palmas y dedos cantidades moderadas de ciertos aminoácidos.<sup>5-8</sup>



### III. Antecedentes.

1. Mecanismo de Reacción de Sanger.
2. Importancia y aplicación de la reacción de Sanger.
3. Mecanismo detallado de reacción de AA con reactivo de Ninhidrina.
4. Métodos de identificación de huellas dactilares.
5. Propiedades físicas, químicas y toxicológicas (CRETIB) de reactivos y productos.

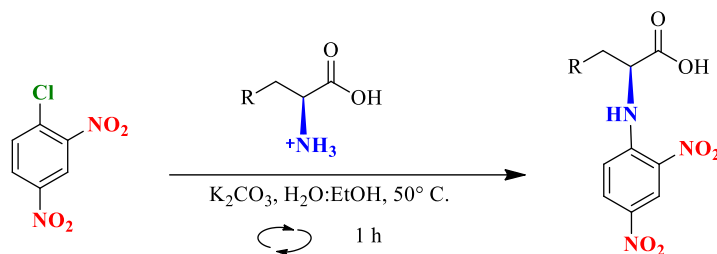
### IV. Reactivos.

| Reactivos  | Cantidad      |
|--|---------------|
| 2,4-Dinitro clorobenceno                               | 0.4 g         |
| Glicina / Disolución al 0.5 % de Glicina               | 0.15 g / 1 mL |
| L-Fenilalanina / Disolución al 0.5 % de L-Fenilalanina | 0.33 g / 1 mL |
| Disolución al 0.5 % de L-Leucina                       | 1 mL          |
| Disolución al 0.5 % de L-Prolina                       | 1 mL          |
| Disolución al 0.5 % de L-Ácido glutámico               | 1 mL          |
| Disolución al 0.5 % de L-Arginina                      | 1 mL          |
| K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>                         | 0.6 g         |
| Disolución de Ninhidrina al 0.2 %                      | 8 mL          |
| Diclorometano  | 30 mL         |
| HCl concentrado  | 1.5 mL        |
| Etanol   | 10 mL         |

### V. Material.

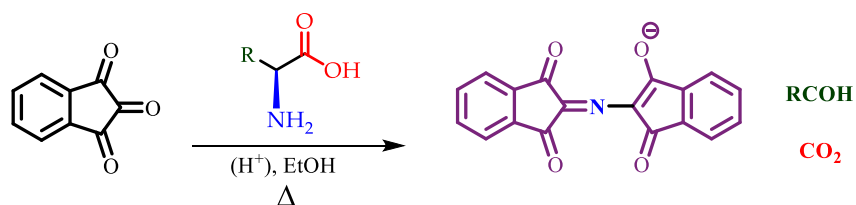
|  |   |   |   |
|--|---|---|---|
| Agitador de vidrio                     | 1 | Pinzas de 3 dedos con nuez                  | 2 |
| Baño María eléctrico                   | 1 | Pinzas de 3 dedos con nuez para microescala | 1 |
| Barra para agitación magnética         | 1 | Pinzas para tubo de ensaye                  | 1 |
| Embudo Büchner con alargadera          | 1 | Probeta graduada de 10 mL                   | 1 |
| Embudo de separación de 50 mL c/ tapón | 1 | Recipiente de peltre                        | 1 |
| Espátula de Cr-Ni de 20 cm             | 1 | Refrigerante de aire entrada 14/23          | 1 |
| Gradilla                               | 1 | Tapón de plástico 14/23                     | 1 |
| Matraz bola de 25 mL                   | 1 | Termómetro de 0° a 350° C                   | 1 |
| Matraz Erlenmeyer de 50 mL             | 2 | Tubos de ensaye de 16 x 150 mm              | 7 |
| Matraz Kitasato de 125 mL c/ manguera  | 1 | Vasos de precipitado de 150 mL              | 1 |
| Parrilla con agitación magnética       | 1 | Vidrio de reloj                             | 1 |

## VI. Reacción y Relación Estequiométrica



|                                     | <b>2,4-dinitrocloro benceno</b> | <b>Phe / Gly</b> | <b>K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub></b> |
|-------------------------------------|---------------------------------|------------------|------------------------------------|
| <b>Masa molar (g/mol)</b>           | 202.5                           | 165.19 / 75.03   | 138.21                             |
| <b>Masa (g)</b>                     | 0.4                             | 0.3 / 0.15       | 1.1                                |
| <b>Cantidad de sustancia (mmol)</b> |                                 |                  |                                    |
| <b>Punto de Fusión ( ° C)</b>       | 53                              | 283 / 236        | 891                                |
| <b>Equivalentes químicos</b>        |                                 |                  |                                    |

### Reacción con ninhidrina



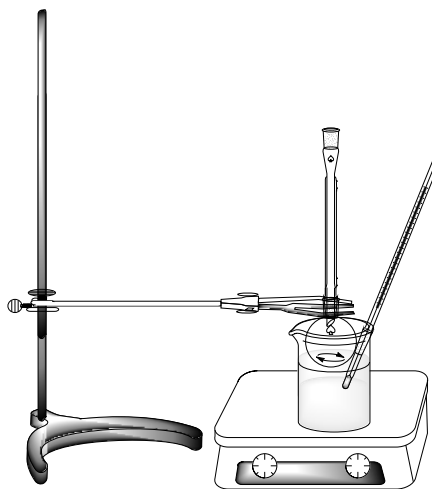
## VII. Procedimiento

### A) Reacción *Pseudo* Sanger.

En un baño de agua a 50° C (**Figura 1**) coloque un matraz bola de 25 mL provisto de agitador magnético y agregue 0.3 / 0.15 gramos del AA correspondiente Fenilalanina / Glicina (1.91 mmol, 1 Eq) y 1.1 gramos K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> (7.95 mmol, 4 Eq) disueltos en 5 mL de agua destilada agite magnéticamente por un periodo de 3 minutos, a esta disolución se agregan 0.4 gramos de 2,4-dinitroclorobenceno **DNCB** (1.98 mmol, 1 Eq) y 5 mL de etanol, acople al matraz el refrigerante de aire (**Figura 1**). Agite vigorosamente la reacción a 50° C por lapso de 1 hora. Una vez finalizada la reacción, se deja enfriar a temperatura ambiente. La mezcla de reacción se diluye con 5 mL de agua y se vierte a un embudo de separación y se extrae con CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> (3x10 mL), nuestro producto deseado está en la fase acuosa.

Se transfiere la fase acuosa a un matraz Erlenmeyer de 50 mL, éste se introduce en un baño de hielo y se acidifica con HCl concentrado (pH 1), hasta la formación de un sólido amorfo color amarillo.

Se filtra al vacío, se retiran del matraz Kitasato las aguas madre y se colocan en el contenedor de residuos apropiado y se seca el sólido. Se pesa y se determina el punto de fusión del mismo. (DNB-Phe 185-186° C / DNB-Gly descompone 195-202° C)



**Figura 3.** Sistema para la reacción *pseudo* Sanger.

B) Identificación de Aminoácidos y revelado de huellas dactilares.

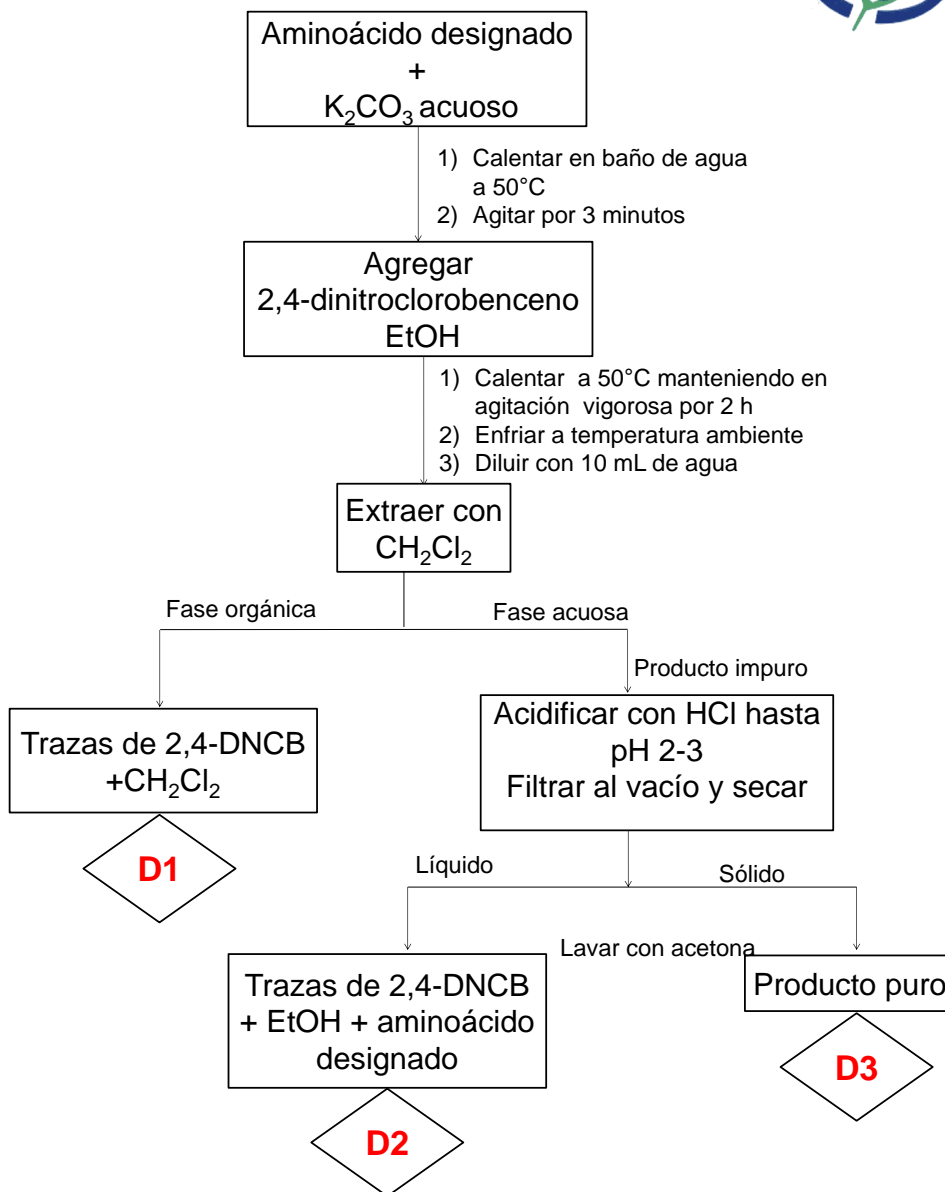
#### I) Demostración de la reacción de ninhidrina con aminoácidos

Para iniciar debemos preparar un blanco: agrega a un tubo de ensayo 1 mL de agua y agregale 1 mL de disolución de ninhidrina. Caliéntela por lapso de 1 minuto dentro del baño maría. Posteriormente tomar en los 6 tubos de ensayo restantes 1 mL de cada una de las disoluciones de los diferentes aminoácidos disponibles (*L*-Ácido glutámico, *L*-Fenilalanina, Glicina, *L*-Arginina, *L*-Leucina y *L*-Prolina) y añadir 1 mL de la disolución de ninhidrina, agitar para homogenizar completamente, espere 3-5 minutos, observar si hay algún cambio, posteriormente calentar 1-2 minutos en baño María. Anote sus observaciones y tome fotografías.

#### II) Revelado de huellas dactilares

Sobre un pedazo de cartón o papel deposite haga dos recuadros y dentro del recuadro A) coloque un par de huellas dactilares (quitándose el guante e imprimir la huella), en el recuadro B) frótese con un dedo sin guante la superficie de la frente y/o nariz e imprima un par de huellas. Enseguida vuelva a colocarse los guantes y asperje la solución de Ninhidrina, deje secar un par de minutos. Posteriormente caliente gentilmente el papel cartón o papel sobre la superficie caliente de su parrilla. Observe, anote y tome sus fotografías.

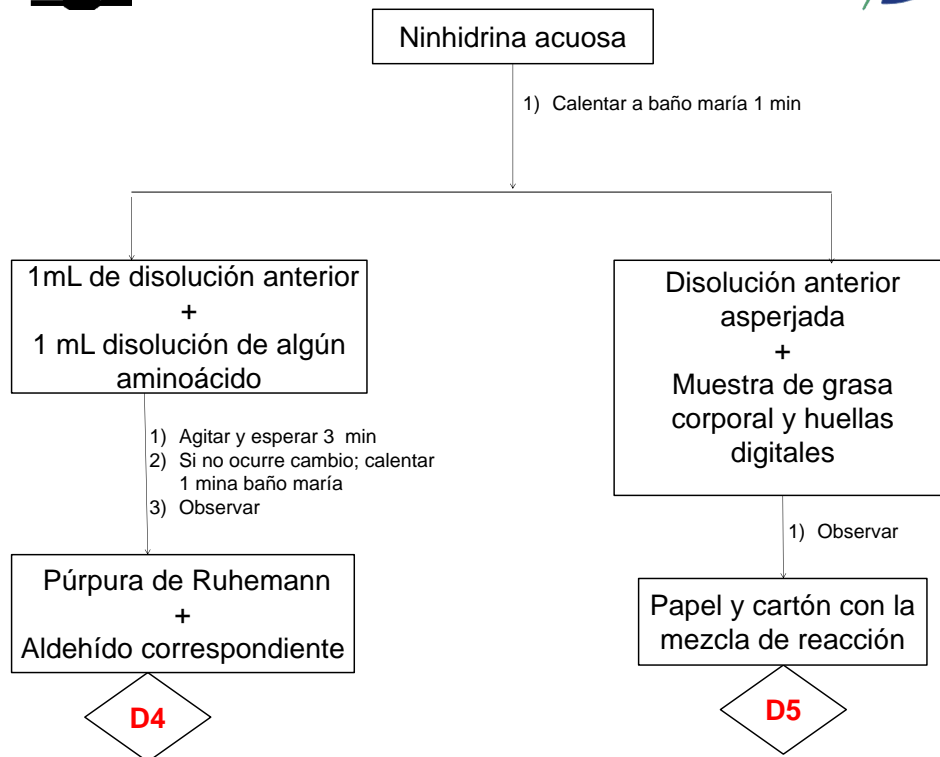
## VIII. Manejo de Residuos.



**D1, D3 y D4:** Enviar a incineración.

**D2:** Si el contenido de EtOH es menor a 10% adsorber sobre carbón activado, enviar el sólido a incineración y desechar neutro. Si el contenido es mayor a 10% destilar el EtOH para recuperarlo y efectuar lo antes descrito.

**Figura 2.** Diagrama de flujo de la síntesis del derivado 2,4-dinitrobenzeno-1-aminoácido (2,4-DNF-1-AA) y su manejo de residuos.



**D5:** Adsorber con carbón activado y enviar a incineración, la disolución se neutraliza y se desecha.  
**D6:** Desechar en la charola de papel filtro correspondiente para su posterior incineración.

**Figura 3.** Diagrama de flujo de la identificación de aminoácidos con ninhidrina, revelado de huellas digitales y su manejo de residuos.

### IX. Cuestionario.

1. ¿Podrías emplear como base NaOH, en lugar de carbonato? Justifica tu respuesta
2. ¿Por qué se emplean 4 Eq de  $K_2CO_3$  para esta reacción?
3. ¿Por qué la reacción se lleva en agua? ¿Podrías emplear algún otro disolvente?
4. ¿La reacción se llevaría de igual manera empleando un medio ligeramente ácido?
5. ¿Sugiere por qué las huellas de “zonas grasas” revelan más intenso con la ninhidrina?

### X. Bibliografía.

1. Carey F. A.; Giuliano R. M. *Química Orgánica* **2014**, Editorial McGraw Hill, 9<sup>na</sup> Edición, México.
2. Klein, D. R. *Organic Chemistry* **2016**, Editorial John Wiley & Sons, 1<sup>era</sup> Edición, Nueva Jersey, Estados Unidos de Norteamérica.

3. Sanger, F. *Biochemistry J.* **1945**, 39(5), 507-515.
4. Levy, A. L.; Chung, D. *J. Am. Chem. Soc.* **1955**, 2899-2900.
5. Hamilton, P. B. *Nature* **1965**, 205(4968), 284-285.
6. Friesen, J. B. *J. Chem. Educ.* **2015**, 92, 487-504.
7. Weyermann, C.; Roux, C.; Champad, C. *J. Forensic Sci.* **2011**, 56(1) 102-108
8. Girod, A.; Ramotoswki, R.; Weyermann C. *Forensic Sci. Int.* **2012**, 223(1-3) 10-24.

---

# PRÁCTICA 5A



## CARBOHIDRATOS

### ANÁLISIS E IDENTIFICACIÓN DE CARBOHIDRATOS

---

#### I. Objetivos.

- Identificar a través de pruebas químicas sencillas diferentes tipos de carbohidratos.
- Diferenciar una pentosa de una hexosa, aldosas de cetosas y un disacárido frente a un monosacárido, mediante el empleo de reacciones características y sencillas de realizar en el laboratorio.
- Identificar y analizar las diferentes reactividades de mono y disacáridos frente a reacciones típicas de identificación de carbohidratos.

#### II. Información.

Los carbohidratos son moléculas orgánicas que están constituidas por carbono (C), hidrógeno (H) y oxígeno (O), generalmente en una proporción hidrógeno:oxígeno de 2:1 (igual como en el agua), en otras palabras presentan una fórmula empírica  $C_x(H_2O)_y$ . Estructuralmente se consideran como polihidroxialdehidos y polihidroxicetonas.

Otro término más empleado es el de sacáridos, los carbohidratos (sacáridos) son divididos en 4 principales grupos: monosacáridos, disacáridos, oligosacáridos y polisacáridos. La palabra sacárido proviene del griego “*sacaron*” (dulce), por su parte la nomenclatura de los carbohidratos es compleja, los nombres de mono y disacáridos generalmente se terminan con el sufijo: *osa*. Ejemplo, el azúcar de uva es el monosacárido más distribuido en la naturaleza, llamado glucosa, mientras que el azúcar de caña es un disacárido nombrado sacarosa y el azúcar de la leche de los mamíferos es un disacárido de nombre lactosa.

Los carbohidratos juegan un sinnúmero de roles en los organismos vivos, los polisacáridos sirven de almacén de energía (almidón y glucógeno), como componentes estructurales (celulosa en vegetales y quitina en artrópodos). Los sacáridos y sus derivados llevan a cabo papeles de gran importancia en el sistema inmune, fertilización, prevención de patógenos, desarrollo humano, factores de grupo sanguíneo entre otros.

### III. Antecedentes.

1. Azúcares reductores y el carbono anomérico en azúcares reductores.
2. Aldosas, Cetosas, Pentosas, Hexosas, Mono y Disacáridos.
3. Estructura y nomenclatura de ácidos aldónicos, aldáricos, aldourónicos.
4. Composición de soluciones de Barfoed, Benedict, Bial y Seliwanoff.
5. Test de Barfoed, Benedict, Bial y Seliwanoff: fundamentos químicos.
6. Mecanismo de transposición de Lobry de Bruyn – van Ekenstein.
7. Nomenclatura y numeración de carbohidratos en sus formas piranosa y furanosa.

### IV. Reactivos.

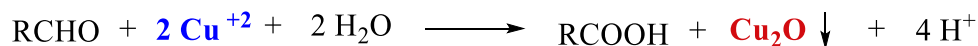
|                            |                           |
|----------------------------|---------------------------|
| Disolución al 5% Arabinosa | Disolución al 5% Ribosa   |
| Disolución al 5% Fructosa  | Disolución al 5% Sacarosa |
| Disolución al 5% Galactosa | Solución de Barfoed       |
| Disolución al 5% Glucosa   | Solución de Benedict      |
| Disolución al 5% Lactosa   | Solución de Bial          |
| Disolución al 5% Maltosa   | Solución de Seliwanoff    |
| Disolución al 5% Manosa    |                           |

### V. Material.

|   |   |                               |    |
|---|---|-------------------------------|----|
| Baño de agua eléctrico                            | 1 | Pinzas para tubo de ensaye    | 2  |
| Gradilla  | 1 | Tubos de ensaye               | 30 |
| Parrilla de calentamiento con agitación magnética | 1 | Vaso de precipitado de 400 mL | 1  |

### VI. Procedimiento.

#### a) Prueba para identificación de monosacáridos (Test de Barfoed).



En un tubo de ensaye adicione 0.50 mL de una disolución 0.5% de azúcar correspondiente y 1.5 mL de reactivo de Barfoed y caliente en un baño de agua en ebullición hasta que la reacción ocurra.

Observe y cuantifique el tiempo requerido para la aparición de un precipitado rojizo o cambio de coloración para cada tubo, organice sus resultados en una tabla.

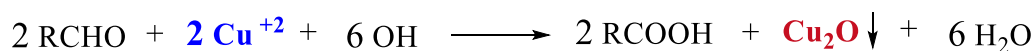
Los monosacáridos reaccionan en menos de 15 minutos, por su parte los disacáridos requieren de más de 15 minutos. Organice sus resultados obtenidos en una tabla donde indique el tiempo de reacción para cada carbohidrato.



b) **Prueba de Benedict** (Determinación de azúcares reductores)

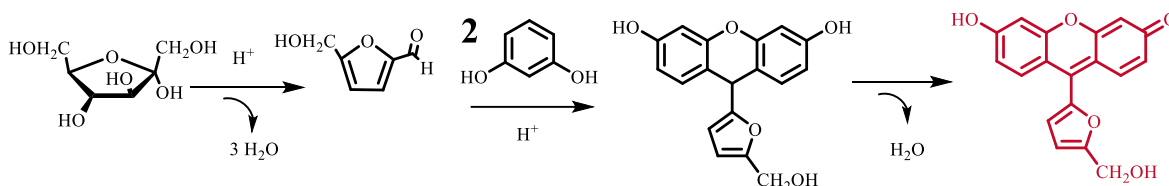
Coloque en un tubo de ensayo 1 mL de reactivo de Benedict y 3 gotas de disolución de carbohidrato a analizar. Caliente a ebullición y deje enfriar a temperatura ambiente. Un resultado positivo se considera por la aparición de un precipitado rojizo-naranja.

Se sugiere únicamente se realice con **4 carbohidratos**: a) Fructosa, b) Glucosa, c) Lactosa y d) Sacarosa. Cuantifica el tiempo en el cual reaccionan los diferentes carbohidratos.



Lo importante aquí es destacar que a pesar de que el fundamento químico es exactamente el mismo, la reducción de  $\text{Cu}^{+2}$  a  $\text{Cu}^{+1}$ , esta prueba **NO ES SELECTIVA** para monosacáridos, trata de justificar esta ausencia de selectividad.

c) **Reacción de identificación de cetosas (Test de Seliwanoff).**

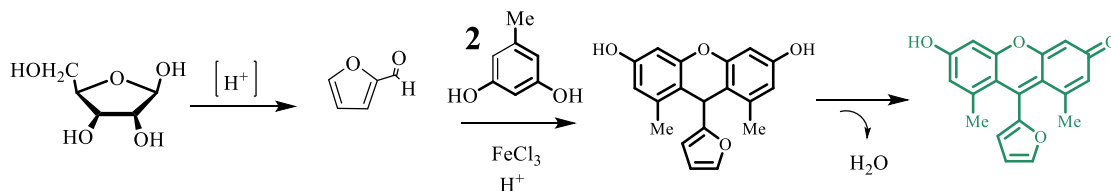


En un tubo de ensayo adicione 0.5 mL de una disolución 0.5% de azúcar correspondiente y 1.5 mL de reactivo de Seliwanoff y caliente en un baño de agua en ebullición por un lapso máximo de 1-3 minutos. Observe.

Las cetosas reaccionan rápidamente deshidratándose para dar 5-hidroximetilen-furfural el cual se condensa con resorcinol para dar un compuesto aromático altamente conjugado de color rojo cereza.

Un calentamiento prolongado favorece la hidrólisis y transposiciones ocasionando que otros carbohidratos den positiva la reacción (falsos positivos). Estructure sus datos en forma de tabla en una columna las que son positivas y en otra las negativas, indicando los tiempos de reacción para las positivas y algunas observaciones.

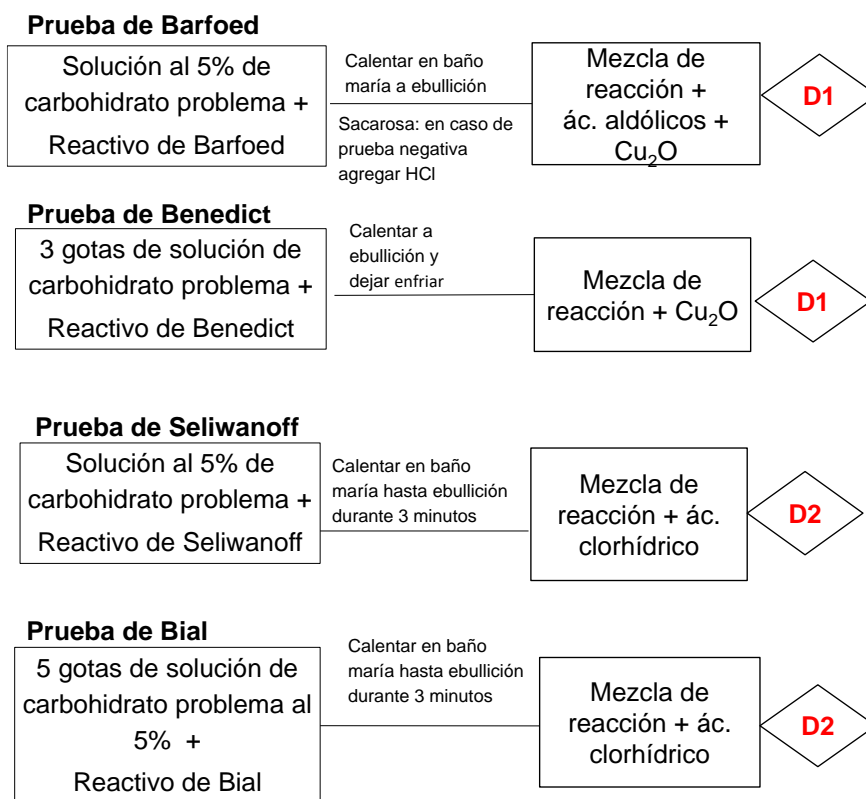
**Prueba para identificación de pentosas (Test de Bial).**



En un tubo de ensaye coloque 0.1 mL (5 gotas con pipeta Pasteur) de una disolución al 0.5 % del azúcar correspondiente y adicione 1.5 mL del reactivo de Bial y ponga el tubo en un baño de agua en ebullición por lapso de 2-3 minutos. Observe.

Las pentosas dan una coloración azul-verde o verde olivo. Si se sobrecalientan el resto de carbohidratos en presencia del reactivo de Bial se favorece la formación de compuestos coloridos que son falsos positivos.

## VII. Manejo de Residuos.



**Figura 2.** Diagrama de flujo de reacciones para carbohidratos y su manejo de residuos.

## VIII. Cuestionario.

1. Investiga en que consiste el Test de Molisch para carbohidratos y ¿para qué carbohidratos se emplea este test?
2. ¿Cuál es el fundamento químico de las pruebas que nos permiten confirmar si un carbohidrato es reductor o no?
3. ¿Por qué las pruebas de Barfoed y Benedict fueron negativas para la sacarosa?

4. ¿Con base a un análisis multidisciplinario justifique por qué la prueba de Benedict **NO** es Selectiva para monosacáridos?

### **IX. Bibliografía.**

1. Herdman, C.; Diop, L.; Dickman M. *J. Chem. Edu.* **2013**, 90, 115-117.
2. Taylor, M. E.; Drickamer K. *Introduction to Glycobiology* 2006, 2<sup>da</sup> Edición, Oxford University Press, Londres.
3. Rajan, Katuch *Analytical Techniques in Biochemistry and Molecular Biology* **2011**, 1<sup>era</sup> Edición, Springer.
4. Sánchez-Viesca, F.; Gómez, R. *Modern Chemistry* **2018**, 6(1), 1-5.
5. Ávila, G.; García, C. et al *Química Orgánica. Experimentos con un Enfoque Ecológico* **2009**, Dirección General de Publicaciones y Fomento Editorial, UNAM, 2<sup>da</sup> Edición, México.

---

# PRÁCTICA 5B



## CARBOHIDRATOS

### HIDRÓLISIS ÁCIDA DEL ALMIDÓN

---

#### I. Objetivos.

- Conocer la estructura química del almidón como biopolímero de carbohidratos.
- Realizar la hidrólisis química de almidón.
- Identificar los factores que favorecen la hidrólisis química del almidón, empleando reacciones típicas y sencillas de realizar en el laboratorio.
- Identificar si el producto de la hidrólisis es un azúcar reductor.

#### II. Información.

El almidón es un polímero de glucosa, producido por vegetales como su principal polisacárido de reserva, que a diferencia con la celulosa otro polisacárido presente en la fibra dietaria, el almidón es fácilmente digerido por los humanos y representa uno de las principales fuentes energéticas para la especie humana. El pan, las papas, el arroz y la pasta son ejemplos de la “*almidonización*” en nuestra sociedad como especie humana.

El almidón es de hecho una mezcla de dos diferentes polisacáridos: amilosa y amilopectina. Estructuralmente, la amilosa y la amilopectina son homopolímeros de D-glucopiranososa, sin embargo la amilosa es un polímero lineal que se mantiene unida mediante enlaces  $\alpha$ -(1,4) glucosídicos, mientras que la amilopectina es un polímero ramificado unido mediante enlaces  $\alpha$ -(1,6) glucosídicos. A consecuencia de la linealidad de la amilosa y de sus enlaces  $\alpha$ -(1,4) glucosídicos, la amilosa se dispersa fácilmente en agua fría y se solubiliza en agua caliente. La proporción de amilosa:amilopectina varía dependiendo de la fuente botánica del almidón, pero los almidones típicos contienen un 25% de amilosa.

Los polisacáridos representan por mucho los biopolímeros más abundantes en la tierra dentro de los cuales se pueden nombrar la celulosa, la quitina y dominando a los anteriores al almidón. El almidón es sin duda uno de los materiales con mayor potencial de uso en tecnología de polímeros; puede ser convertido con facilidad en productos químicos de alto valor agregado tales como etanol, acetona y ácidos orgánicos, usado también en la producción de polímeros sintéticos el cual es *grafteado* con una amplia variedad de reactivos para producir nuevos materiales poliméricos.

La hidrólisis ácida del almidón a glucosa mediante el empleo de ácidos inorgánicos tradicionales, debe ser finalizada mediante neutralización. Factores como las altas temperaturas y el bajo *pH* aceleran la velocidad de hidrólisis asimismo que proveen de condiciones de completa esterilidad que evita el crecimiento de microorganismos que llevan a cabo fermentación alcohólica.

### III. Antecedentes.

1. Estructura química del almidón: amilosa y amilopectina.
2. Diferentes tipos de enlaces glucosídicos.
3.  $\alpha$  y  $\beta$  Glucosidasas, definición y funciones.
4. Hidrólisis ácida de sacáridos.
5. Pruebas de Benedict, Lugol.
6. Azúcares reductores.

### IV. Reactivos.

|                       |                               |
|-----------------------|-------------------------------|
| Almidón soluble       | Ácido Clorhídrico concentrado |
| Solución de Benedict  | Solución Iodo-KI (Lugol)      |
| Disolución de NaOH 5% | Disolución de fenolftaleína   |

### V. Material.

|   |   |                                   |    |
|---|---|-----------------------------------|----|
| Barra de agitación magnética                      | 1 | Pipeta graduada 1 mL              | 2  |
| Espátula  | 1 | Probeta graduada 25 mL            | 1  |
| Gradilla  | 1 | Recipiente de plástico para hielo | 1  |
| Matraz Erlenmeyer 125 mL                          | 1 | Tubos de ensaye                   | 14 |
| Parrilla de calentamiento con agitación magnética | 1 | Vaso de precipitado de 200 mL     | 1  |
| Pinza de 3 dedos con nuez                         | 1 | Vidrio de reloj                   | 1  |
| Pinzas para tubo de ensaye                        | 1 |                                   |    |

### VI. Procedimiento.

#### Hidrólisis química del almidón

Coloque en un matraz Erlenmeyer de 125 mL provisto de una barra para agitación magnética, 0.6 gramos de almidón soluble, adicione 60 mL de agua a temperatura ambiente, enseguida coloque el matraz en una parrilla con agitación magnética y caliente la disolución hasta ebullición, el almidón deberá estar completamente disuelto formando una disolución opalescente.

Identifique los 12 tubos de ensaye para las 2 pruebas respectivas: Lugol y Benedict con las leyendas  $t_0$ ,  $t_{10}$ ,  $t_{20}$ ,  $t_{30}$ ,  $t_{40}$  y  $t_{50}$  minutos.

Una vez totalmente solubilizado tome dos muestras de esa disolución de 1 mL con ayuda de una pipeta de 1 mL y colóquelas dentro de los tubos de ensaye indicados como:  $t_0$  (1 mL en cada tubo). Ambos tubos corresponden al  $t_0$  de la reacción de hidrólisis.

Al resto de la disolución de almidón retírela del calentamiento/ebullición y deje enfriar 1 minuto y agregue lenta y cuidadosamente 1 mL de HCl concentrado y coloque el matraz Erlenmeyer nuevamente a ebullición durante 50 minutos, observe que sucede casi de forma inmediata. Tome muestras de 1.0 mL de la disolución de almidón cada 10 minutos para cada una de las pruebas y colóquelos en los respectivos tubos de ensaye  $t_{10}$ - $t_{50}$ , para ambos ensayos (Lugol y Benedict).

Tome una tercera muestra de 1 mL en el tiempo 10 minutos ( $t_{10}$ ) (blanco de neutralización) y agregue 1 gota de solución de fenolftaleína y cuantifique cuantas gotas de NaOH 5% se requieren para neutralizar 1 mL de disolución de almidón con HCl. Ese número de gotas deberá añadir a cada tubo para el ensayo de Benedict a partir del tiempo 10 minutos.

Por su parte al resto de los tubos para la prueba de Benedict ( $t_{10}$ - $t_{50}$ ) se deben neutralizar con disolución de NaOH 5% previo a añadir la solución de Benedict, ya realizó el blanco de neutralización. Coloque agua en el vaso de precipitado de 200 mL y lleve el agua a ebullición. Una vez neutralizadas añada 1 mL de disolución Benedict a cada uno de los tubos ( $t_0$ - $t_{50}$ ) y coloque todos los tubos dentro del baño de agua en ebullición y déjelos dentro de dicho baño en ebullición de 3-5 minutos y observe.

A todos los tubos ( $t_0$ - $t_{50}$ ) para la prueba de Lugol colóquelos dentro de un baño de hielo y al finalizar el tiempo de reacción cuando todos los tubos con sus respectivas muestras ya se encuentren fríos agregue 2 gotas de solución de Lugol y observe.

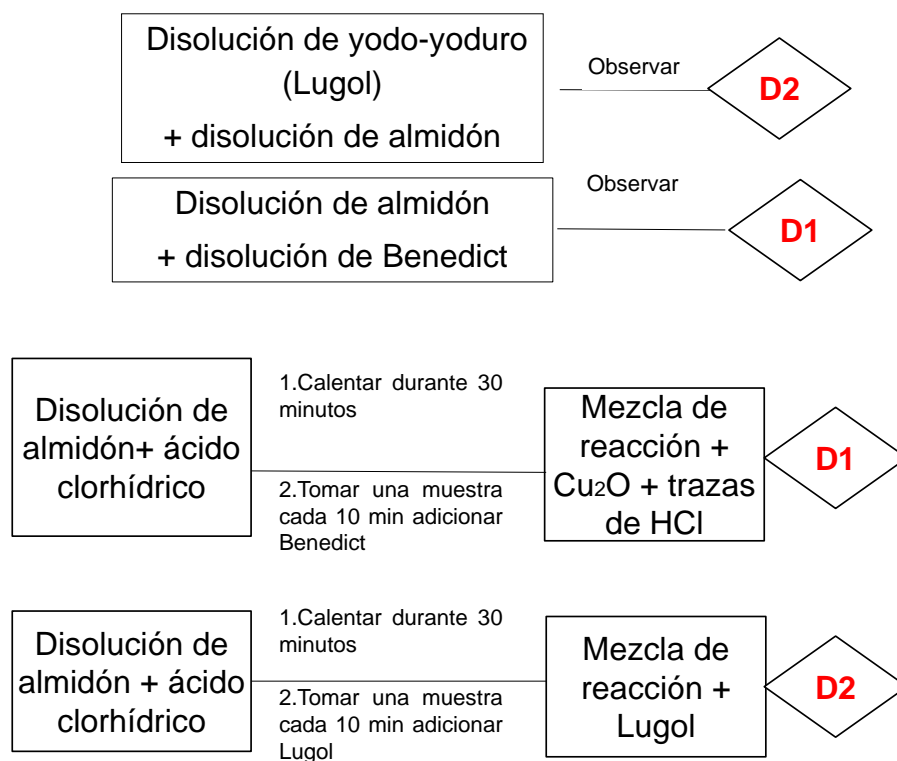
**Nota 1:** para realizar la prueba de Lugol es necesario dejar enfriar la disolución de almidón, ya que el complejo almidón-iodo es soluble en caliente. Tome un tubo de ensaye y añada 2 mL de agua destilada y agregue 2 gotas de Lugol, éste servirá como control positivo de la prueba de Lugol.

Una vez que tiene todos los tubos los ensayos de la hidrólisis adicione 1 mL de agua destilada extra a cada uno de ellos (diluirlos), esto con la finalidad que las tonalidades sean más fáciles de observar.

Analice, tome fotos a sus tubos y reporte sus observaciones en la siguiente tabla.

| Tiempo   | Lugol | Benedict |
|----------|-------|----------|
| $t_0$    |       |          |
| $t_{10}$ |       |          |
| $t_{20}$ |       |          |
| $t_{30}$ |       |          |
| $t_{40}$ |       |          |
| $t_{50}$ |       |          |

## VII. Manejo de Residuos.



**D1:** Llevar la disolución a pH= 10 y filtrar el complejo de cobre para enviar a confinamiento. La disolución restante desechar neutra.

**D2:** Reducir con disolución de bisulfito de sodio (NaHSO<sub>3</sub>) hasta la desaparición del color. Confirmar el pH neutro y desechar al drenaje.

**Figura 1.** Diagrama de flujo de reacciones y su manejo de residuos.

### **VIII. Cuestionario.**

1. ¿Por qué es necesario mantener la temperatura de ebullición en la hidrólisis del almidón?
2. ¿Por qué se efectúa la prueba de Lugol y de Benedict previo a la hidrólisis del almidón?
3. ¿Por qué se requiere neutralizar las disoluciones de almidón que contienen HCl antes de realizar la prueba de Benedict?
4. ¿Cómo se llama química y correctamente la enzima que lleva a cabo la hidrólisis enzimática de almidón?

### **IX. Bibliografía.**

1. Ebnesajjad, S. Handbook of Biopolymers and Biodegradable Plastics. **2013**, 1<sup>era</sup> Edición, Elsevier, 129-133.
2. Craver, C. D.; Carraher, C. E. Applied Polymer Science: 21st Century **2000**, 1<sup>era</sup> Edición, Elsevier, 303-305.
3. Ávila, G.; García, C. et al Química Orgánica. Experimentos con un Enfoque Ecológico **2009**, Dirección General de Publicaciones y Fomento Editorial, UNAM, 2<sup>da</sup> Edición, México.