



PRÁCTICA

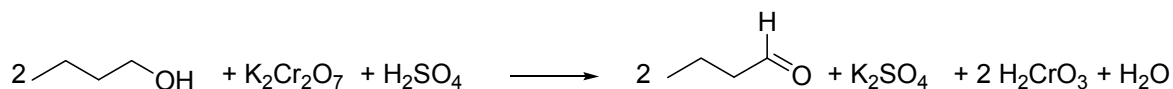
6

Oxidación de Alcoholes. Obtención de *n*-Butiraldehído.

I. OBJETIVOS.

- Ejemplificar un método para obtener aldehídos alifáticos mediante la oxidación de alcoholes.
- Formar un derivado sencillo del aldehído obtenido para caracterizarlo.

REACCIÓN:



	<i>n</i> -Butanol	Dicromato de potasio	Ácido sulfúrico (98 %)	<i>n</i> -Butiraldehído
Masa molar (g/mol)				
Densidad (g/mL)				
Punto de fusión (°C)				
Punto de ebullición (°C)				
Masa (g)				
Volumen (mL)				
Cantidad de sustancia (mol)				



II. MATERIAL.

Matraz pera de dos bocas de 50 mL	1	Matraz kitazato con manguera	1
Refrigerante con mangueras	1	Matraz erlenmeyer 50 mL	1
Embudo de filtración rápida	1	Mechero bunsen	1
Embudo de adición con tapón	1	Tela alambre con asbesto	1
Anillo metálico	1	"T" de destilación	1
Espátula	1	Colector	1
Tubos de ensaye	2	Porta-termómetro	1
Vaso de precipitados de 250 mL	3	Probeta graduada de 25 mL	1
Pinzas para tubo de ensayo	1	Vaso de precipitados de 150 mL	1
Vidrio de reloj	1	Pipeta graduada de 5 mL	1
Recipiente de peltre	1	Matraz erlenmeyer 125 mL	1
Termómetro de -10 a 400 °C	1	Columna vigreux	1
Embudo büchner con alargadera	1	Resistencia eléctrica	1
Pinzas de tres dedos con nuez	2		
Pipeta Pasteur de 1 mL	1		

III. SUSTANCIAS.

Disolución de 2 4-dinitrofenilhidracina	2 mL	Ácido sulfúrico conc. (98 %)	0.5 mL
Dicromato de potasio	1.2 g	Etanol	5.0 mL
<i>n</i> -Butanol	1.6 mL		

IV. INFORMACIÓN.

La oxidación de alcoholes a aldehídos o cetonas es una reacción muy útil. El ácido crómico y diversos complejos de CrO₃ son los reactivos más útiles en los procesos de oxidación en el laboratorio.

En el mecanismo de eliminación con ácido crómico se forma inicialmente un éster crómico el cual experimenta después una eliminación 1,2 produciendo el enlace doble del grupo carbonilo.



Los aldehídos son compuestos con punto de ebullición menor que el de los alcoholes y de los ácidos carboxílicos con masa molar semejantes.

V. PROCEDIMIENTO.

A un matraz pera de dos bocas de 50 mL de capacidad adapte por una de ellas, un embudo de adición y por la otra un sistema de destilación fraccionada con una columna vigreux.

En un vaso de precipitados disuelva 1.2 g de dicromato de potasio en 12.5 mL de agua, añada cuidadosamente y con agitación 0.5 mL de ácido sulfúrico concentrado (*Nota 1*).

Adicione 1.6 mL de *n*-butanol al matraz pera (no olvide agregar cuerpos de ebullición) y en el embudo de adición coloque la disolución de dicromato de potasio-ácido sulfúrico. Caliente el *n*-butanol con flama suave usando un baño de aire, de manera que los vapores del alcohol lleguen a la columna de fraccionamiento. Agregue entonces, gota a gota, la disolución de dicromato de potasio-ácido sulfúrico en un lapso de 15 minutos (*Nota 2*), de manera que la temperatura en la parte superior de la columna no exceda de 80-85 °C (*Nota 3*).

Cuando se ha añadido todo el agente oxidante continúe calentando la mezcla suavemente por 15 minutos más y colecte en la probeta la fracción que destila abajo de los 90 °C (*Nota 4*).

Pase el destilado a una pipeta pasteur con bulbo (limpia), separe la fase acuosa, mida el volumen del *n*-butiraldehído obtenido y calcule el rendimiento de la reacción.

Al producto obtenido, agregue 2 mL de una disolución de 2,4-dinitrofenilhidracina en un tubo de ensayo y agite vigorosamente; al dejar reposar precipita el derivado del aldehído el cual puede purificar por cristalización de etanol-agua. El punto de fusión reportado para la 2,4-dinitrofenilhidrazona del *n*-butiraldehído es de 122 °C.



Notas:

- 1) ¡PRECAUCIÓN! La reacción es exotérmica. Cuando se enfría la disolución, el dicromato cristaliza, de ser así, caliéntela suavemente con flama y pásela al embudo de separación en caliente. Continúe con la técnica.
- 2) Más o menos dos gotas por segundo.
- 3) La oxidación del alcohol se efectúa con producción de calor, pero puede ser necesario calentar la mezcla de vez en cuando para que la temperatura no baje de 75 °C.
- 4) La probeta en la que reciba el destilado debe estar en baño de hielo.

VI. ANTECEDENTES.

- a) Oxidación. Diferentes agentes oxidantes. Acción sobre alcoholes y grupo carbonilo de aldehídos y cetonas.
- b) Métodos de obtención de aldehídos y cetonas.
- c) Propiedades físicas, químicas y toxicidad de los reactivos y productos.
- d) Principales derivados de aldehídos y cetonas usados para su caracterización (reactivos y reacciones).

VII. CUESTIONARIO.

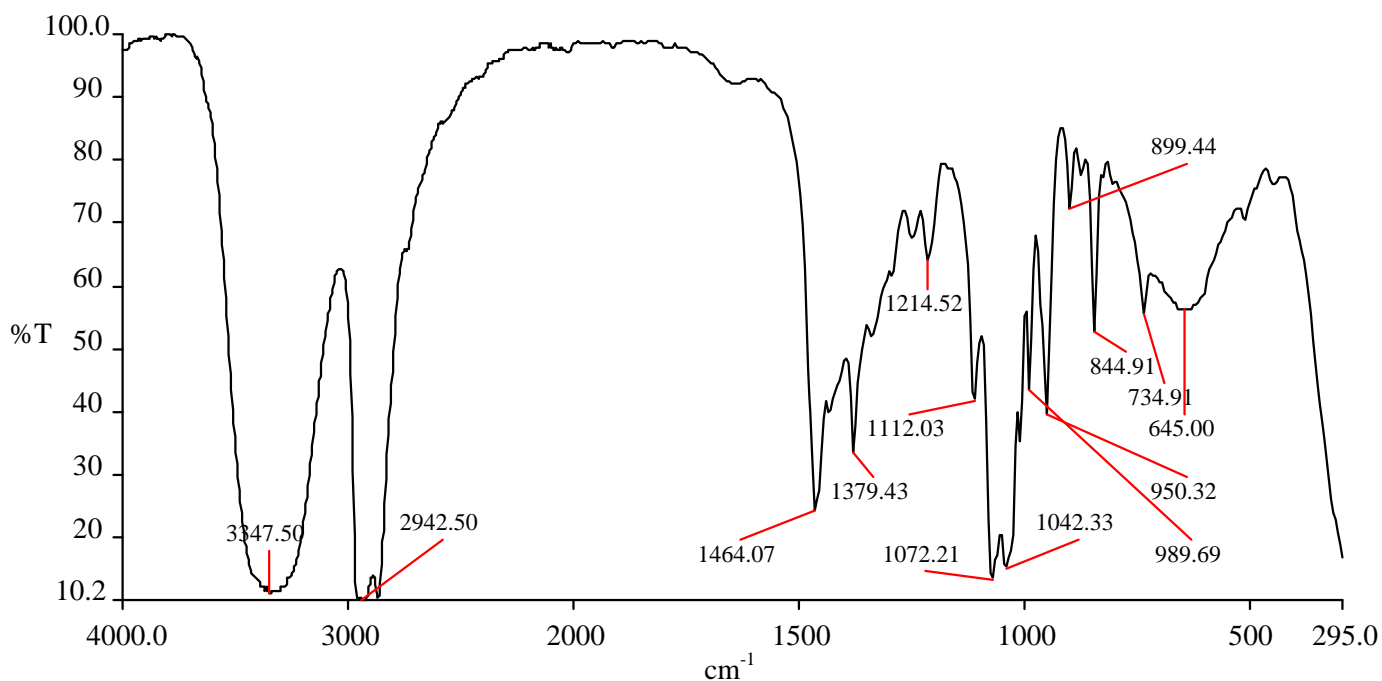
- 1) ¿Cuál es la finalidad de hacer la mezcla de dicromato de potasio, agua y ácido sulfúrico?
- 2) Explique como evita que el *n*-butiraldehído obtenido en la práctica se oxide al ácido *n*-butírico.



- 3) ¿Cómo puede comprobar que obtuvo el *n*-butiraldehído en la práctica?
- 4) ¿Cómo deben desecharse los residuos de sales de cromo?
- 5) Asigne las bandas principales presentes en los espectros de IR a los grupos funcionales de reactivos y productos.

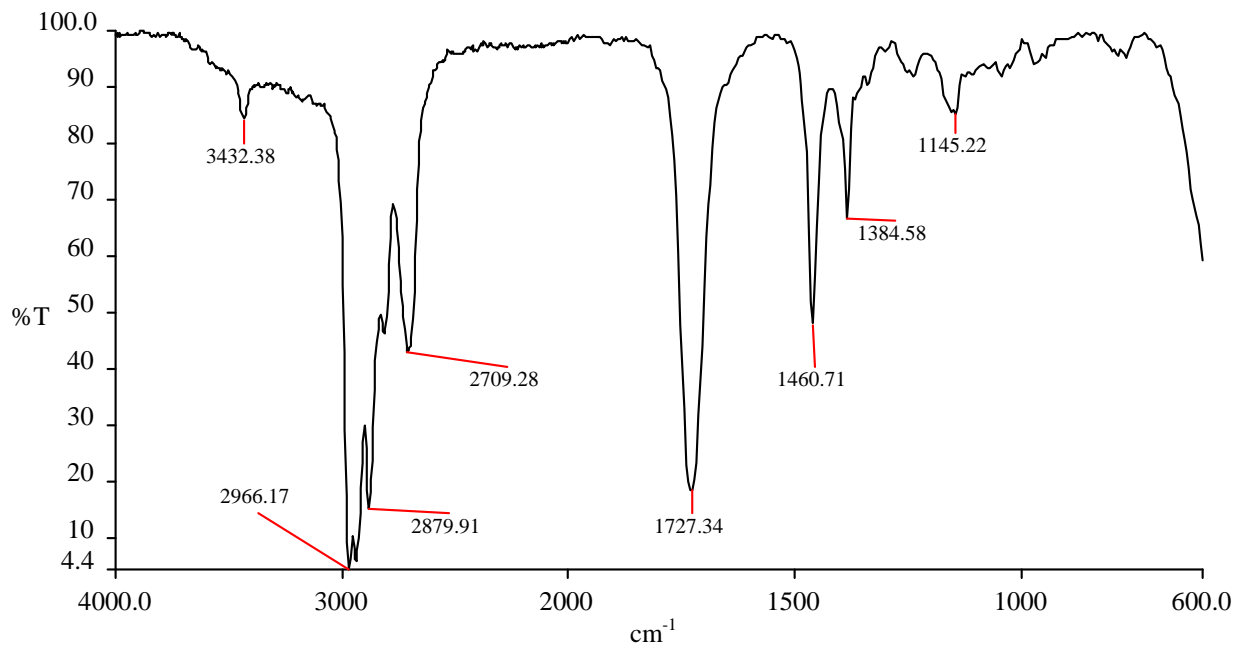
VIII. ESPECTROS DE IR.

a) Espectro de IR del *n*-butanol.

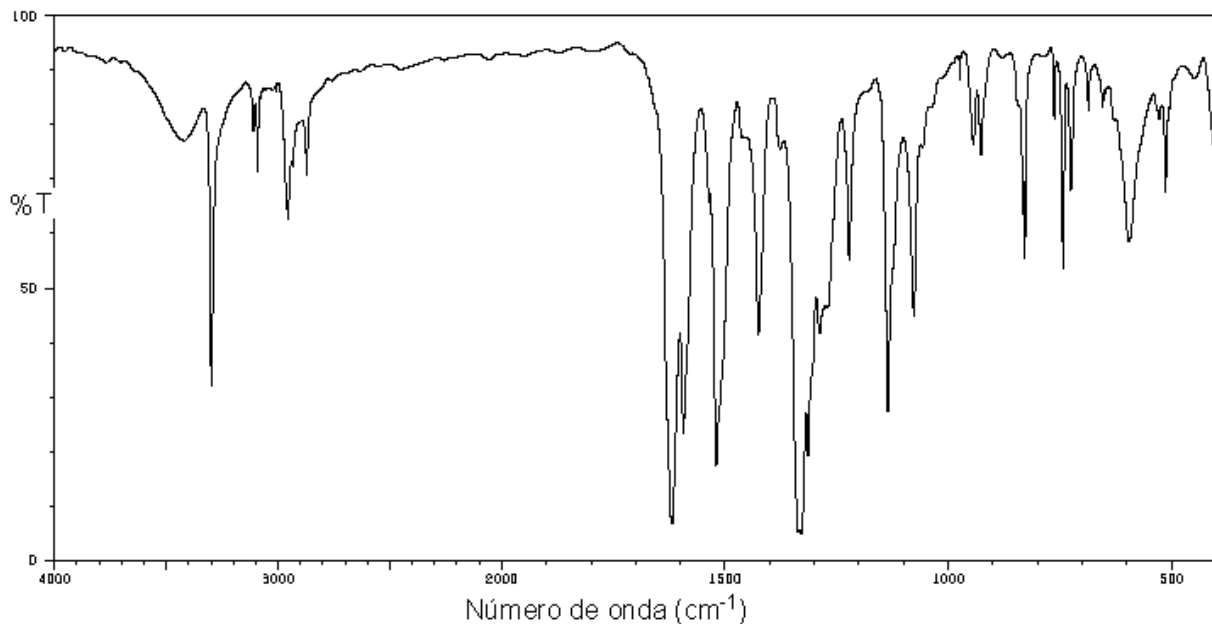




b) Espectro de IR del *n*-butiraldehído.



c) Espectro de IR de la 2,4-dinitrofenilhidrazona del *n*-butiraldehído.



3430	74	2872	68	1377	72	1222	69	829	63
3419	74	1630	24	1336	5	1214	72	763	79
3299	30	1619	5	1330	4	1136	26	743	52
3110	77	1693	22	1316	18	1077	49	726	66
3092	68	1536	62	1289	39	945	74	656	79
2956	80	1519	16	1277	44	927	72	596	57
2934	70	1426	38	1271	44	834	60	514	64

CCCN=CNC1=CC=C(C=C1)[N+](=O)[O-]

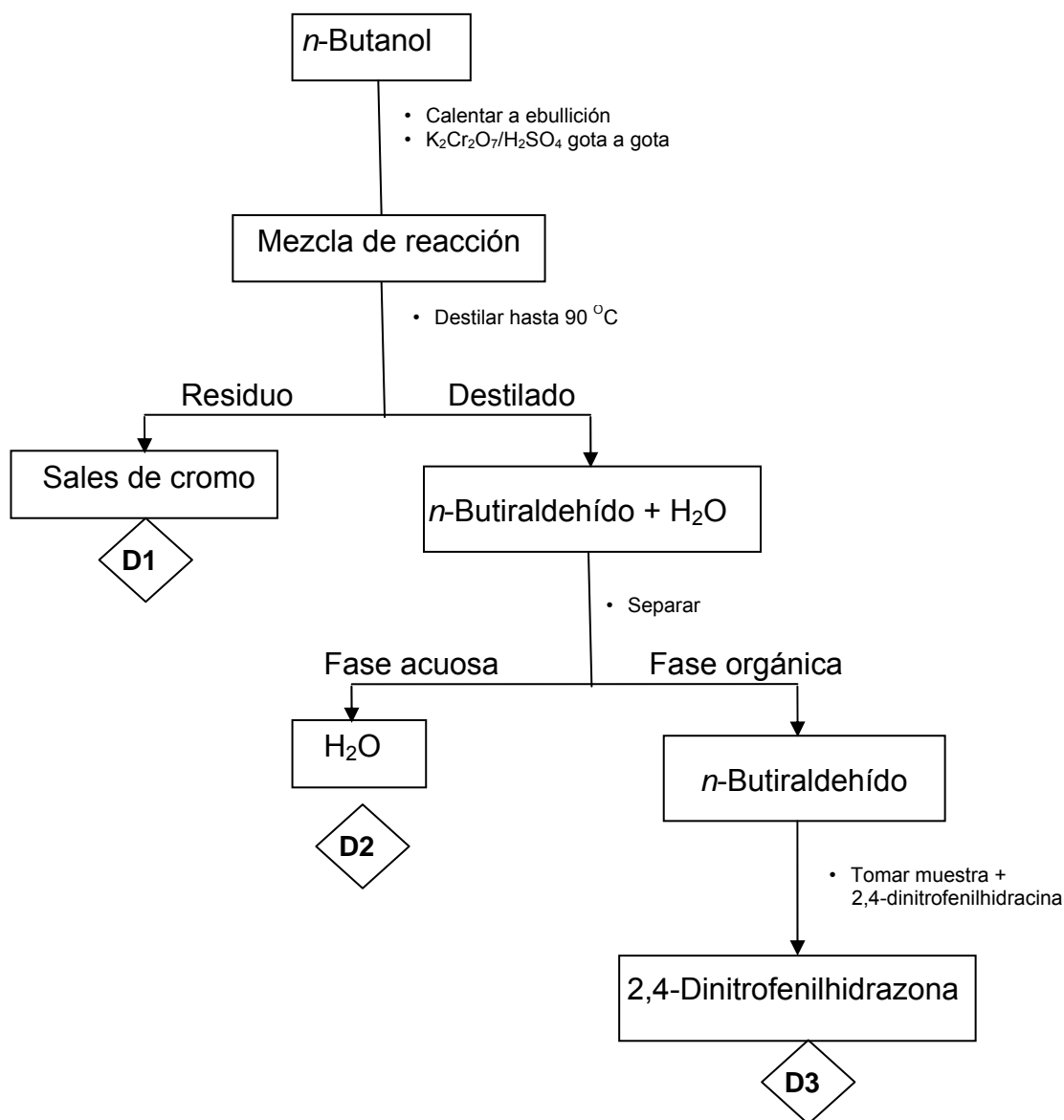


IX. BIBLIOGRAFÍA.

- 1) Vogel, A. I., Vogel's Textbook of Practical Organic Chemistry, John Wiley, New York, 1989.
- 2) Morrison R. T., Boyd, R. N., Química Orgánica, Pearson Educación, México, 1998.
- 3) Brieger, G., Química Orgánica Moderna: Curso Práctico de Laboratorio, Harper & Row Publishers, New York, 1970.



OBTENCIÓN DE *n*-BUTIRALDEHÍDO.



D1: Agregar bisulfito de sodio sólido para pasar todo el Cr(VI) a Cr(III) (Hacer esto en la campana). Precipitar con sosa. Filtrar el precipitado ($Cr(OH)_3$). Repetir la operación hasta no tener precipitado. La disolución debe neutralizarse para ser desechada por el drenaje. El hidróxido debe mandarse a confinamiento controlado.

D2: Desecharse por el drenaje.

D3: Filtrar. Mandar sólidos a incinerar. Tratar el líquido con carbón activado hasta eliminación del color naranja.