

PRÁCTICA

5

OXIDACIÓN DE ALCOHOLES:

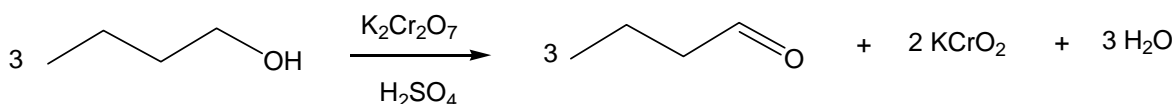
OXIDACIÓN DE *n*-BUTANOL A

n-BUTIRALDEHÍDO

I. OBJETIVOS

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

II. REACCIÓN



| | <i>n</i> -Butanol | <i>n</i> -Butiraldehído |
|-----------------------------------|-------------------|-------------------------|
| Masa molar (g/mol) | | |
| Densidad (g/mL) | | |
| Punto de fusión o ebullición (°C) | | |
| Masa (g) | | |
| Volumen (mL) | | |
| Cantidad de sustancia (mol) | | |

III. MATERIAL

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

IV. SUSTANCIAS

| | | | |
|---|--------|-------------------------|--------|
| • Dicromato de potasio | 1.9 g | • Ácido sulfúrico conc. | 2.0 mL |
| • Disolución de 2 4-Dinitrofenilhidrazina | 0.5 mL | • Etanol | 2.0 mL |
| | | • <i>n</i> -Butanol | 1.6 mL |

V. INFORMACIÓN

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

VI. PROCEDIMIENTO

A un matraz pera de dos bocas de 50 mL adapte por una de sus bocas 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 dihidratado en 12 mL de agua, añada cuidadosamente y con agitación 1 mL de ácido sulfúrico concentrado (*Nota 1*).

Adicione 1.6 mL de *n*-butanol al matraz pera (no olvide agregar cuerpos de ebullición), en el embudo de separación coloque la disolución de dicromato de potasio-ácido sulfúrico. Caliente a ebullición 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 la fracción que destila por abajo de los 90 °C (*Nota 4*).

Pase el destilado a un embudo de separación (limpio), decante la fase acuosa y mida el volumen del *n*-butiraldehído obtenido para calcular el rendimiento.

Agregue dos gotas del producto a 0.5 mL de una disolución de 2,4-dinitrofenilhidrazina en un tubo de ensayo y agite vigorosamente; al dejar reposar precipita el derivado del aldehído el cual puede purificar por recristalización 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, caliente 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.

VII. ANTECEDENTES

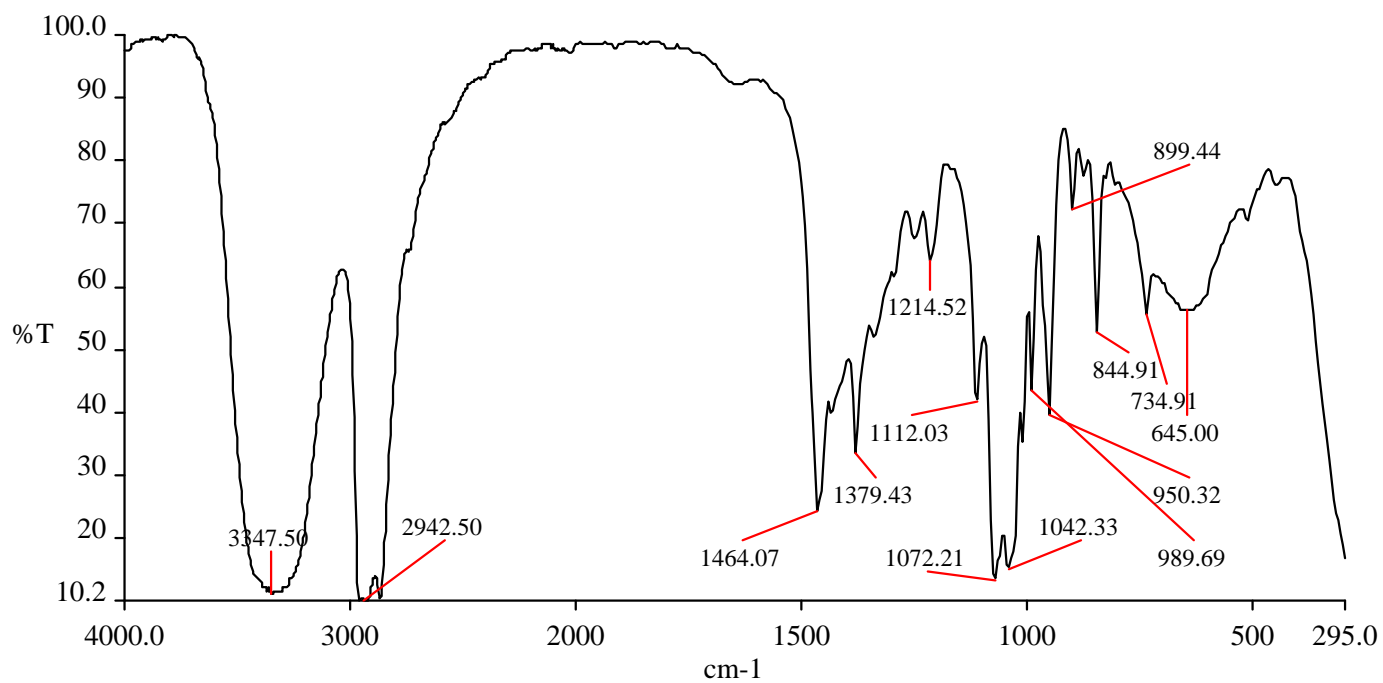
- 1) Oxidación. Diferentes agentes oxidantes. Acción sobre alcoholes y grupo carbonilo de aldehídos y cetonas.
- 2) Métodos de obtención de aldehídos y cetonas.
- 3) Propiedades físicas, químicas y toxicidad de reactivos y productos.
- 4) Principales derivados de aldehídos y cetonas usados para su caracterización (reactivos y reacciones).

VIII. CUESTIONARIO

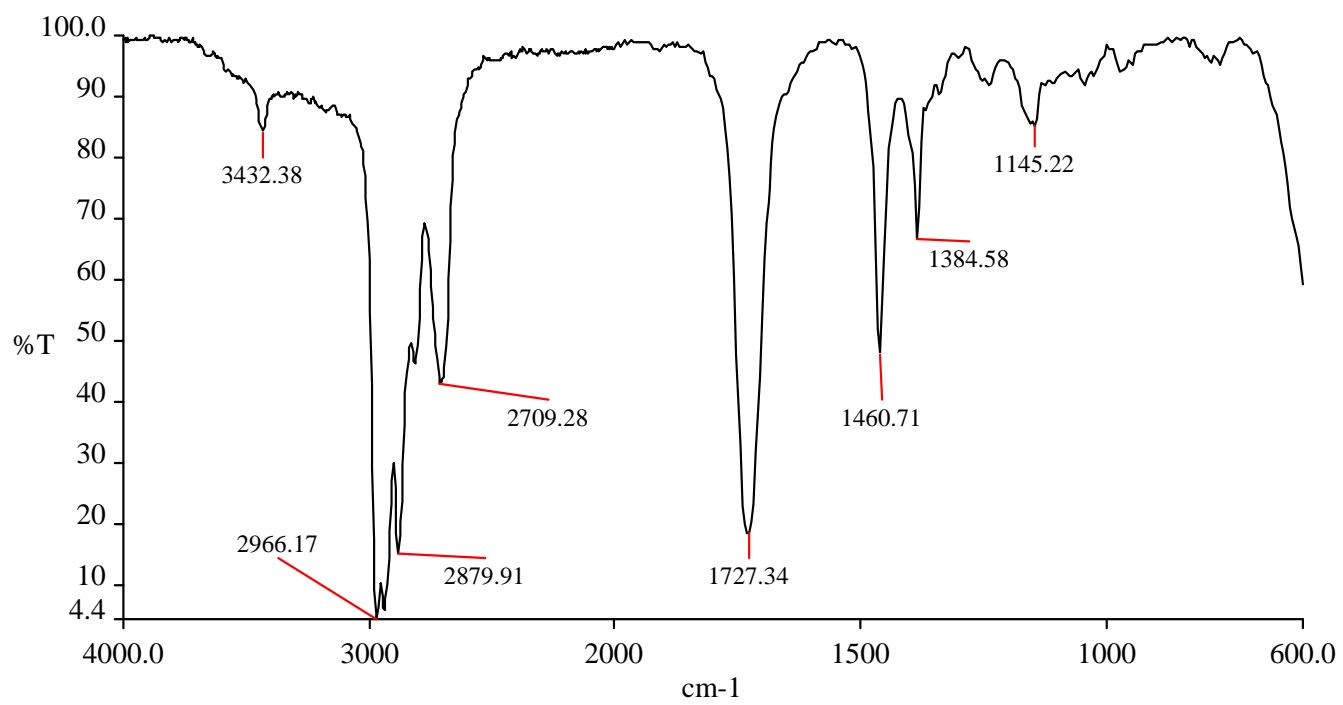
- 1) ¿Cuál es la finalidad de hacer la mezcla de dicromato de potasio, agua y ácido sulfúrico?
- 2) Explique cómo evita que el *n*-butiraldehído obtenido en la práctica se oxide al ácido butírico.
- 3) ¿Cómo puede comprobar que obtuvo el *n*-butiraldehído en la práctica?
- 4) ¿Cómo deben desecharse los residuos de sales de cromo?
- 5) Asigne las bandas principales a los grupos funcionales presentes en los espectros de IR de reactivos y productos.

Espectros de IR.

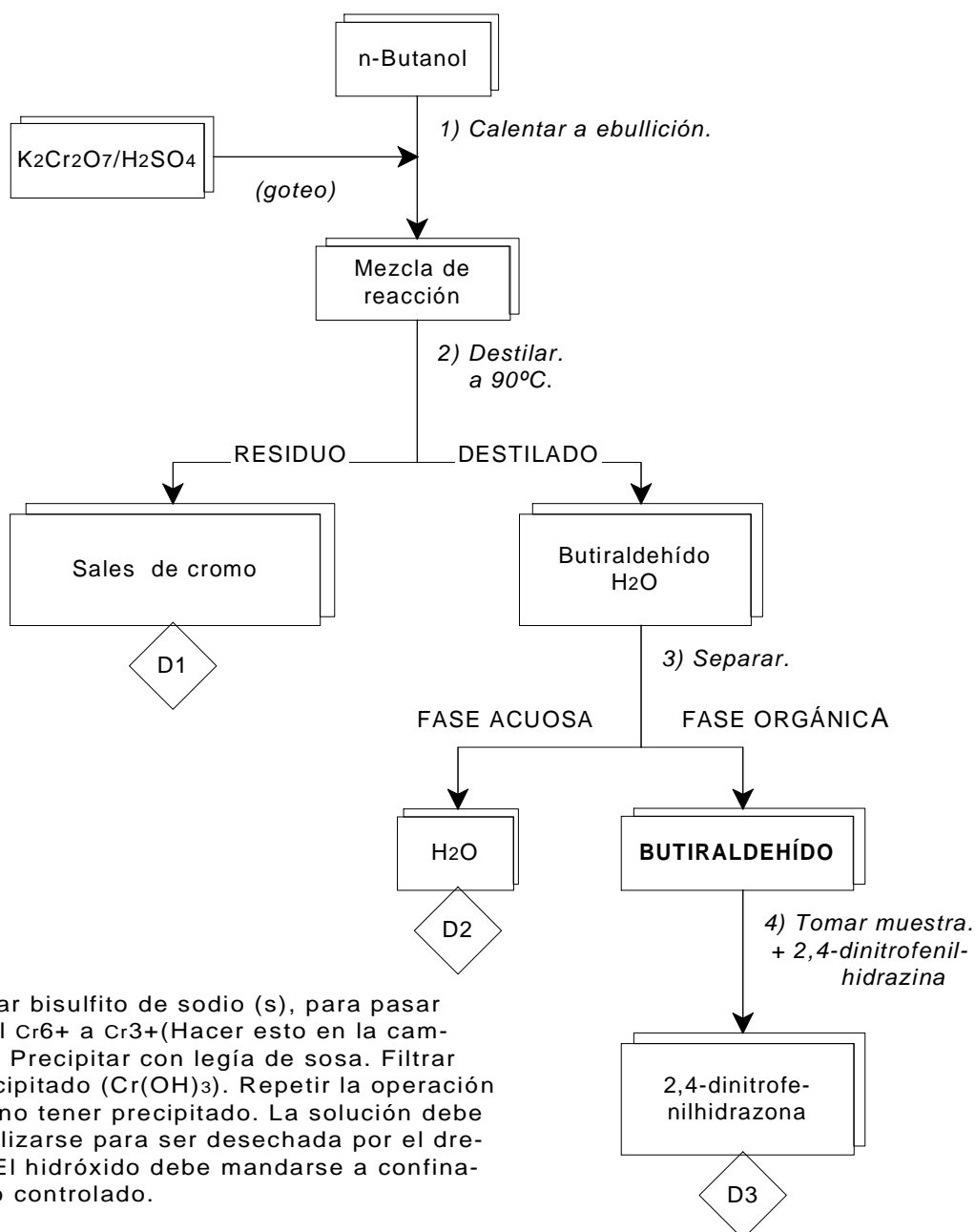
a) *n*-Butanol



b) *n*-Butiraldehído



OXIDACIÓN DE n-BUTANOL A n-BUTIRALDEHIDO



D1: Agregar bisulfito de sodio (s), para pasar todo el Cr⁶⁺ a Cr³⁺ (Hacer esto en la campana). Precipitar con legía de sosa. Filtrar el precipitado (Cr(OH)₃). Repetir la operación hasta no tener precipitado. La solución debe neutralizarse para ser desechada por el drenaje. El hidróxido debe mandarse a confinamiento controlado.

D2: Desechese por el drenaje.

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

IX. BIBLIOGRAFÍA

- a) A. I. Vogel.
A Textbook of Practical Organic Chemistry.
5th edition, Longmans Scientific and Technical, NY (1989).
- b) R. T. Morrison y R. N. Boyd.
Química Orgánica.
2^a edición, Fondo Educativo Interamericano, México (1985).
- c) G. Brieger.
Química Orgánica Moderna. Curso Práctico de Laboratorio.
Ediciones del Castillo, Madrid (1970).