

**PRÁCTICA 8**  
**OXIDACIÓN DE ALCOHOLES PRIMARIOS**  
**OBTENCIÓN DE n- BUTIRALDEHÍDO POR OXIDACIÓN DE n- BUTANOL.**

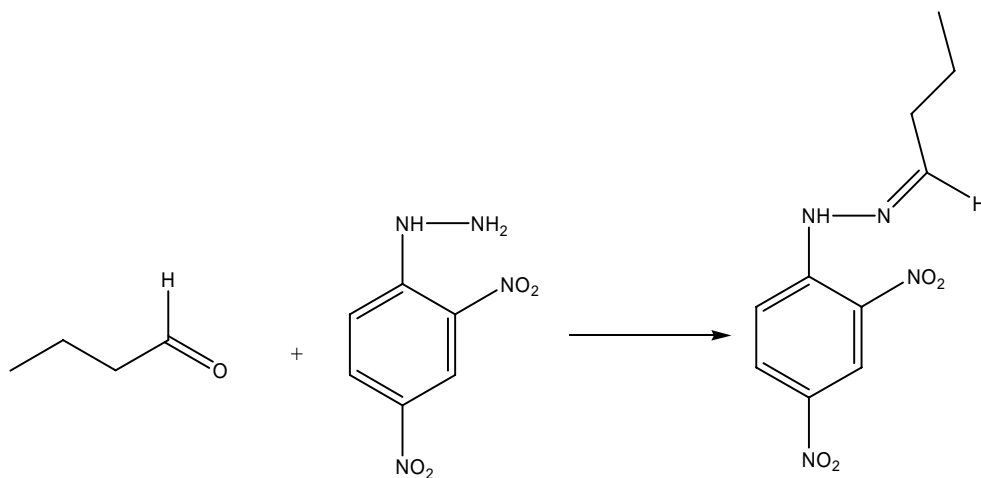
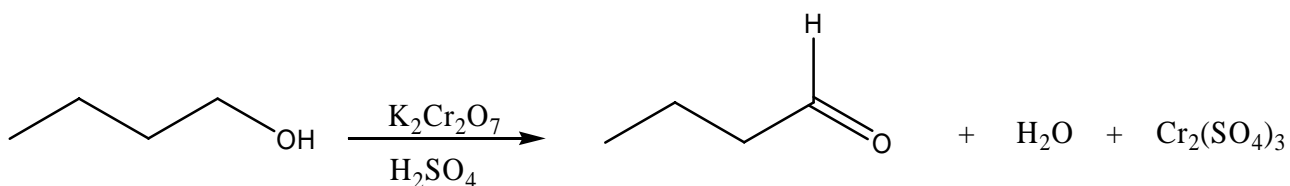
↪ **OBJETIVOS.**

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

↪ **GUÍA DE ESTUDIO.**

1. Métodos de obtención de aldehídos y cetonas.
2. ¿Cómo se obtiene el butiraldehído industrialmente; para qué se usa; que importancias económica tiene este aldehído?
3. Diferentes oxidantes, ventajas y desventajas de cada uno de ellos.
4. ¿Qué tipo de aldehídos se pueden obtener por el método de oxidación directa?
5. Reacciones de identificación de aldehídos.

↪ **REACCIÓN.**



## ✎ MATERIAL.

1 Matraz pera de dos bocas	1 Matraz Erlenmeyer de 50 ml
1 Refrigerante para agua con mangueras	1 Kitasato de 250 ml con manguera
1 Columna Vigreux	1 Buchner con alargadera
1 Embudo de separación con tapón	1 Mechero con manguera
1 Anillo metálico	1 Tela de alambre con asbesto
1 Embudo de vidrio	1 T de destilación
1 Espátula	1 Colector
2 Tubos de ensayo	1 Porta termómetro
2 Pinzas de tres dedos con nuez	1 Probeta graduada de 25 ml
1 Vidrio de reloj	1 Termómetro -10 a 400 °C
1 Recipiente para baño María	1 Vaso de precipitados de 400 ml
1 Matraz Erlenmeyer de 125 ml	1 Vaso de precipitados de 150 ml

## ✎ SUSTANCIAS.

	Cantidad
Dicromato de potasio	3.8 g
n-Butanol	3.2 ml
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> concentrado	4.0 ml
Reactivo de 2,4- Dinitrofenilhidrazina	0.5 ml

## ✎ INFORMACIÓN.

- Un método para obtener aldehídos es por oxidación de alcoholes.
- Los aldehídos se oxidan fácilmente.
- Los aldehídos son compuestos con punto de ebullición menor que el de los alcoholes y de los ácidos carboxílicos con peso molecular semejante.
- Los aldehídos forman compuestos sólidos con la 2,4- dinitrofenilhidrazina que se les conoce como 2,4- dinitrofenilhidrazonas y cuyos puntos de fusión permiten caracterizar a los aldehídos.

## ✎ PROCEDIMIENTO.

A un matraz de 2 bocas se le adapta, por una de ellas, un embudo de adición con la llave cerrada y por la otra un sistema de destilación fraccionada. Colocando una columna Vigreux en posición vertical.

En un vaso de precipitados de 125 ml disolver 3.8 g de dicromato de potasio dihidratado en 12.5 ml de agua, añadir cuidadosamente y con agitación 2.5 ml de ácido sulfúrico concentrado (1). En el matraz de destilación colocar 3.2 ml de n-butanol y unas piedras de ebullición.

En el embudo de separación colocar la solución de dicromato de potasio-ácido sulfúrico. Calentar el n-butanol a ebullición con flama suave de tal forma que los vapores del alcohol lleguen a la columna de fraccionamiento. Agregar entonces **gota a gota** la solución de dicromato de potasio-ácido sulfúrico en un lapso de 15 minutos (2) de tal forma que la temperatura en la parte superior de la columna no pase de 80-85 ° C (3).

Cuando se ha añadido todo el agente oxidante continuar calentando la mezcla suavemente por 15 minutos más y coleccionar la fracción que destila debajo de 90 ° C (4).

Pasar el destilado a un embudo de separación (limpio), decantar la fase acuosa y medir el volumen de butiraldehído obtenido para calcular el rendimiento.

Agregar 2 gotas del producto a 0.5 ml del reactivo de 2,4-dinitrofenilhidrazina en un tubo de ensayo y agitar vigorosamente; al dejar reposar precipita el derivado del aldehído el cual se puede purificar por cristalización de etanol-agua. El punto de fusión reportado para la 2,4-dinitrofenilhidrazona del butiraldehído es de 122 ° C.

### **NOTAS:**

- (1) **¡Precaución!** La reacción es exotérmica. Si al dejar enfriar la solución, cristaliza el dicromato, caliente suavemente con flama y pásela al embudo de separación en caliente. Continúe con la práctica.
- (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 se recibe el destilado debe estar en baño de hielo.

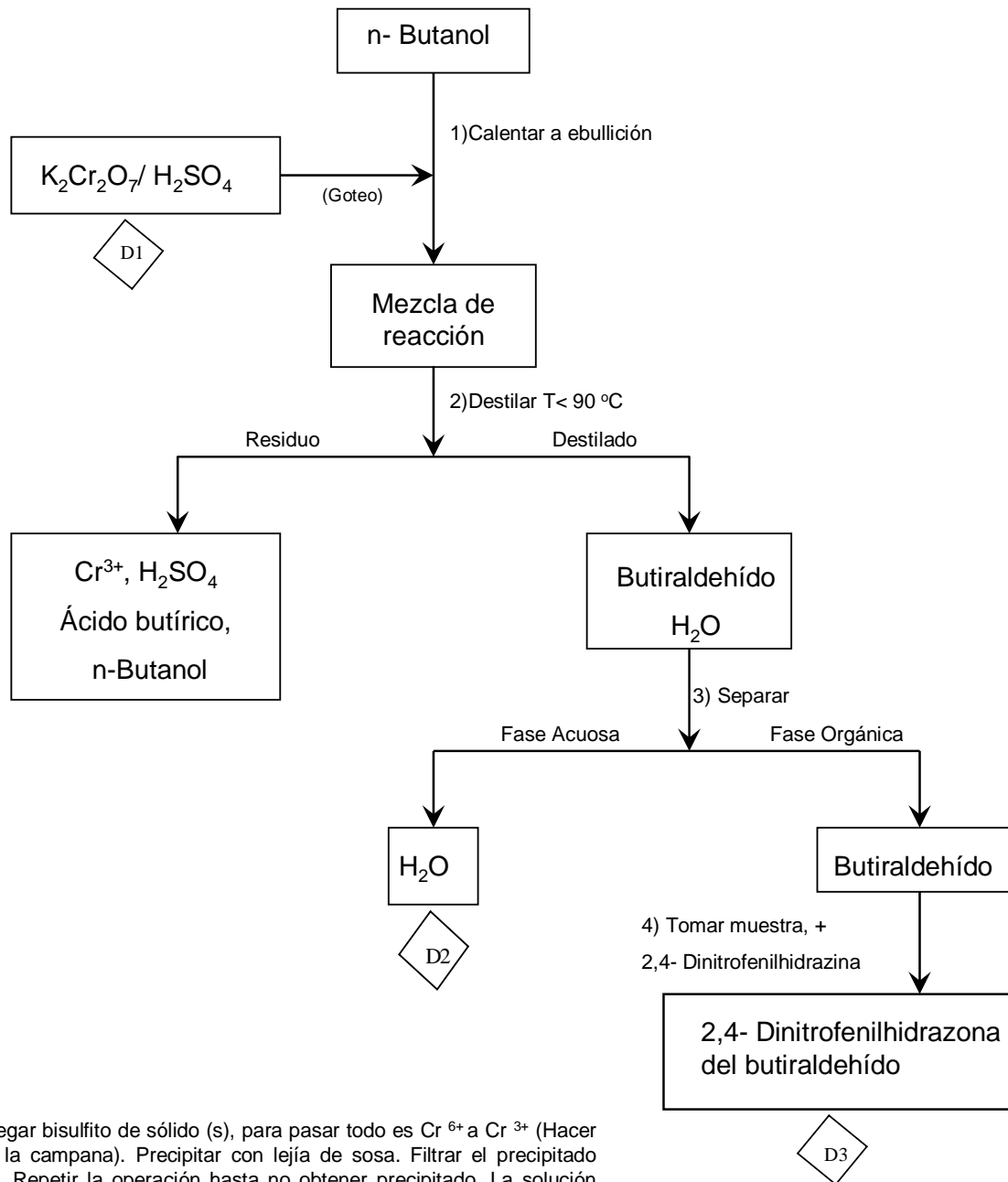
### **↪ CUESTIONARIO.**

- a) ¿Qué sucedería si al efectuar la oxidación del n-butiraldehído no se controla la temperatura de destilación?
- b) ¿Este método se puede aplicar a todos los alcoholes?
- c) ¿Qué destila antes de 80 ° C?, ¿Qué destila arriba de 90 ° C?
- d) ¿Cómo logra identificar el producto obtenido?, ¿Esta forma de identificación se puede aplicar a todos los aldehídos?, ¿Es específica para aldehídos?
- e) ¿Si no se controla bien la reacción y se forma el ácido carboxílico correspondiente, en donde lo podría encontrar, y como lo identificaría?
- f) ¿Si al destilar el aldehído, también destilara parte del alcohol sin reaccionar, como comprobaría su presencia?
- g) ¿Es tóxico el Cr<sup>VI</sup>?, ¿Es tóxico el Cr<sup>III</sup>?, Se puede tirar al drenaje.

### **↪ BIBLIOGRAFÍA.**

- Vogel, A. I. Text Book Practical Organic Chemistry, 3ª. Edición, Editorial Longmans, Londres (1961), Páginas: 320-322.
- Morrison, R. T. y Boyd, R. N., Organic Chemistry. 2ª Allyn and Bacon Inc., Boston (1966)
- Brieger, G., Química Orgánica Moderna, Curso Práctico de Laboratorio, Ediciones del Castillo, S.A., Madrid (1970).

# OBTENCIÓN DE N-BUTANOL A N-BUTIRALDEHÍDO



D1: Agregar bisulfito de sólido (s), para pasar todo es  $Cr^{6+}$  a  $Cr^{3+}$  (Hacer esto en la campana). Precipitar con lejía de sosa. Filtrar el precipitado  $Cr(OH)_3$ . Repetir la operación hasta no obtener precipitado. La solución debe neutralizar para ser desechada por el drenaje. El hidróxido debe mandarse a confinamiento controlado.

D2: Deséchese por el drenaje.

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