

OBSERVACIONES EXPERIMENTALES.

Al mezclar el dicromato de sodio con el agua y el ácido sulfúrico este se disuelve rápidamente manteniendo su color anaranjado rojizo.

El color característico del dicromato de sodio es anaranjado rojizo, al agregar un poco de este al alcohol presente en el balón, las paredes del balón se calientan, indicándonos que la reacción es exotérmica. El cromo se torna verde, observándose en el balón dos capas, la capa inferior es la solución crómica junto con el alcohol que ha reaccionado y la capa superior el alcohol sin reaccionar.

A medida que la reacción transcurre agregando lentamente la solución oxidante y aplicando calor, la mezcla del balón se torna verde intenso indicándonos que está ocurriendo la oxidación del alcohol, la temperatura de inicio de la destilación fue de 90 °C.

Se mantuvo el mechero encendido para poder proporcionar el calor necesario para llevar a cabo la oxidación; ya que con la temperatura de la reacción no se generaba el vapor suficiente. Se continuo añadiendo gota a gota la solución oxidante hasta terminarla. El goteo de destilado logró mantenerse a una velocidad constante de aproximadamente 1 gota por segundo.

A medida que se calentaba la mezcla esta se tornaba verde oscuro, indicándonos que hay sobrecalentamiento, originando la descomposición de los compuestos presentes en el balón, formándose CO₂ y productos no deseados; por lo que se detuvo la destilación, para evitar impurezas en el destilado. La temperatura de destilación se mantuvo constante en 90 °C.

En el erlenmeyer que contiene el destilado se observaron dos capas una orgánica y otra acuosa, indicándonos que destiló y condensó también vapor de agua. La capa orgánica es la superior, la cual presentaba turbidez. Se recogieron 19 ml de destilado.

Se tomó 1 ml del destilado y se le agregó el reactivo de Brady, se tornó color marrón. En este intento no se logró la formación de cristales, debido a que la muestra se tomó de la fase inferior. En una segunda oportunidad, la muestra de destilado contenía un poco de las dos fases, se observó la formación de cristales un poco mas grandes, pero que luego de filtrar no se apreciaban. La tercera muestra fue tomada de la fase orgánica y se agitó al ponerla en contacto con el etanol, luego se dejó reposar y se observó la formación de cristales; que luego del filtrado tenían un color ligeramente anaranjado.

La muestra de alcohol analizada fue la # 70, la determinación del punto de fusión de los cristales para lograr identificar la fenilhidrazona y el destilado correspondiente se realizó una semana después para permitir el secado de los cristales. La fusión de los cristales se observó en un intervalo de temperaturas entre 98 oC y 105 oC.

RESULTADOS EXPERIMENTALES.

La reacción del dicromato de sodio (en solución con el ácido sulfúrico y agua) y el alcohol es exotérmica esto se observó debido al calentamiento del balón al agregar la solución oxidante al alcohol.

El cambio de color de la mezcla reaccionante, de anaranjado rojizo a verde, se debió a la oxidación del alcohol y a la reducción del cromo, el cual pasó de Cr (VI) a Cr (III).

A medida que se va calentando la mezcla esta se torna verde oscuro, indicándonos que hay un sobrecalentamiento de la mezcla en el balón, por lo tanto se origina una descomposición de los compuestos presentes inicialmente en el balón, formándose el CO₂ y posibles compuestos no deseados, que pueden destilar a la temperatura a la cual trabajamos (90 °C).

En el erlenmeyer que contenía el destilado se observaron dos capas una acuosa y otra orgánica, indicándonos que destiló y condensó vapor de agua, cuyo punto de ebullición está cercano a la temperatura a la cual se destiló. El destilado obtenido fue de 19 ml.

Luego de determinar el punto de fusión del derivado obtenido (fenilhidrazona), puede identificarse el alcohol utilizado y saber si el destilado lo constituye un aldehído o una cetona.

Alcohol	PFUSIÓN Derivado
1 – butanol	56 °C
ciclohexanol	162 °C
pentanol	103 °C
1 – octanol	96 °C

Según el rango de temperatura de fusión de los cristales de la 2,4 dinitrofenilhidrazona, comparando con la tabla anterior se determina que el alcohol de la muestra era n–pentanol. Por lo tanto, al ser un alcohol primario y ser sometido a oxidación con dicromato de sodio, el producto obtenido es un aldehído (pentanaldehído). Este aldehído al entrar en contacto con el reactivo de Brady (2,4 dinitrofenilhidrazina) formó cristales de la dinitrofenilhidrazona correspondiente:

Los **aldehídos** y cetonas se asemejan en la mayoría de sus propiedades. Sin embargo, el grupo carbonílico de los **aldehídos** contiene un hidrógeno, mientras el de las cetonas tiene dos grupos orgánicos. Esta diferencia estructural afecta a sus propiedades de dos formas: (a) los **aldehídos** se oxidan con facilidad; las acetonas sólo lo hacen con dificultad; (b) los **aldehídos** suelen ser más reactivos que las cetonas en adiciones nucleofílicas, reacciones estas últimas características de los compuestos carbonílicos.

El grupo carbonílico polarizado convierte a **aldehídos** y cetonas en sustancias polares, por lo que tienen puntos de ebullición más elevados que los compuestos no polares de peso molecular comparable. Por sí mismas, no son capaces de unirse intermolecularmente por puentes de hidrógeno, debido a que sólo poseen hidrógeno unido al carbono. Como consecuencia de lo anterior, sus puntos de ebullición son inferiores a los de los alcoholes y ácidos carboxílicos comparables.

Los **aldehídos** y las acetonas inferiores son solubles en agua, probablemente por los puentes de hidrógeno que pueden establecer entre las moléculas de disolvente y las de soluto. La solubilidad limite se alcanza alrededor de unos cinco carbonos. Los **aldehídos** y cetonas son solubles en los disolventes orgánicos usuales.

CONCLUSIONES.

- La reacción del dicromato de sodio (en solución con el ácido sulfúrico y agua) y el alcohol es exotérmica esto se observó debido al calentamiento del balón que contenía la mezcla reaccionante.
- El cambio de color de la mezcla reaccionante, de anaranjado rojizo a verde, se debió a la oxidación del alcohol y a la reducción del cromo, el cual paso de Cr (VI) a Cr (III).
- El cambio de color de la mezcla a verde oscuro, debido al calentamiento, nos indica que hay un sobrecalentamiento de la mezcla en el balón, por lo tanto se origina una descomposición de los compuestos presentes inicialmente en el balón, formándose el CO₂ y posibles compuestos no

deseados, que pueden ser destilados, disminuyendo así la pureza de nuestro producto deseado en la destilación.

- Se observaron dos capas en el destilado, una acuosa y otra orgánica, indicándonos que se destiló y condensó vapor de agua, cuyo punto de ebullición está cercano a la temperatura a la cual se trabajó durante la destilación, 90 °C.
- El punto de fusión de la fenilhidrazona formada estuvo entre 98oC y 105oC, como estos compuestos tienen punto de fusión característicos se determina que el alcohol utilizado fue n-pentanol. Se deduce entonces que al someter el alcohol primario a oxidación con permanganato, el producto obtenido fue pentanaldehído, al condensarlo con la dinitrofenilhidrazina se formó la fenilhidrazona correspondiente cuyo punto de fusión se encontraba en el rango antes mencionado.
- Los aldehídos se oxidan con facilidad y suelen ser más reactivos que las cetonas en adiciones nucleofílicas, esto se debe a que el grupo carbonílico de los aldehídos contiene un hidrógeno, a diferencia de la acetona que tiene dos grupos orgánicos.
- El grupo carbonílico polarizado convierte a aldehídos y cetonas en sustancias polares, por lo que tienen puntos de ebullición más elevados que los compuestos no polares de peso molecular comparable. Por sí mismas, no son capaces de unirse intermolecularmente por puentes de hidrógeno, debido a que sólo poseen hidrógeno unido a carbono, por lo tanto sus puntos de ebullición son inferiores a los de los alcoholes y ácidos carboxílicos comparables.

RECOMENDACIONES EN LA TÉCNICA.

- El erlenmeyer donde se recolectara el producto destilado debe estar en frío, con el fin de evitar que se volatilice el destilado obtenido, de lo contrario se obtendría una cantidad menor de producto, disminuyendo así el rendimiento.
- Es necesario agitar de vez en cuando el balón que contiene el alcohol a medida que se agregue el agente oxidante, con el fin de que halle una mezcla homogénea de reactivos y reactantes que facilite la reacción.
- Al tomar la muestra de destilado, debe procurarse que esta no incluya agua, es decir, que sea de la fase orgánica (superior), y al ponerla en contacto con el reactivo de Brady debe agitarse para que el destilado forme una fase homogénea y se favorezca la aparición de los cristales.
- Al agregar en el embudo de filtración al vacío la solución con los cristales, se recomienda usar el agitador con el fin de que la solución caiga en el centro del papel de filtro y no se pierda por los alrededores del embudo, lo que originaría pérdida del producto.
- Para determinar el punto de fusión del derivado se aconseja verificar que los cristales estén bien secos y tomar dos o más muestras, con el fin de obtener una temperatura de fusión más exacta, para así no tener problemas a la hora de identificar el alcohol.

BIBLIOGRAFÍA.

- Guía de Laboratorio de Orgánica QM-2487 (Ingenieros), División de Ciencias Físicas y Matemáticas, Departamento de Química, vigencia desde 1976, Pg 7-12.
- Morrison y Boyd, Química Orgánica, quinta edición, 1990, editorial Addison-Wesley Iberoamericana, Capítulos 17 ,18 y 21.

PREGUNTAS

- Por qué hay una gran diferencia en la velocidad de oxidación entre aldehídos y cetonas?

Los aldehídos y cetonas se asemejan en la mayoría de sus propiedades. Sin embargo, el grupo carbonílico de los aldehídos contiene, además, un hidrógeno, mientras el de las cetonas tiene dos grupos orgánicos. Esta diferencia estructural afecta a sus propiedades de dos formas: (a) los aldehídos se oxidan con facilidad; las acetonas sólo lo hacen con dificultad; (b) los aldehídos suelen ser más reactivos que las cetonas en adiciones nucleofílicas, reacciones estas últimas características de los compuestos carbonílicos.

- Escriba una ecuación Redox para la oxidación de un alcohol con ácido sulfúrico, dicromato de sodio. ¿Cuál es el agente oxidante efectivo en esta mezcla?

El agente oxidante efectivo es el cromo el cual se reduce de Cr(VI) a Cr(III).

