

Procedimiento I

Se colocan en un erlenmeyer de 125 ml., 40 ml. de agua y 30 g. de Dicromato de Sodio.

Se pone a enfriar el erlenmeyer en un baño de hielo, y mientras disponer de 20 ml. de Ácido Sulfúrico concentrado en porciones de 4–5 ml. y se coloca la solución en el embudo de adición.

Luego se monta el equipo mostrado en la figura:

- 1.– Balón 100 ml.
- 2.– Codo de Destilación .
- 3.– Refrigerante Liebig.
- 4.– Soportes Universales.
- 5.– Mechero.
- 6.– Beaker.
- 7.– Termómetro.
- 8.– Pinzas.
- 9.– Embudo de Adición.

Luego en un balón de 100 ml. se colocan 0.15 moles de alcohol y perlas de ebullición, se calienta suavemente con un mechero hasta que esté caliente al tacto.

Se procede luego a agregar gota a gota el Dicromato en el alcohol caliente , y se agita de vez en cuando.

Al finalizar se calienta nuevamente para terminar la destilación.

Posteriormente se pesa el producto, y se toma nota.

Procedimiento II

Preparación de 2,4 Dinitrofenilhidrazona.

Se disuelven 1.0 g. ó 1.0 ml. del aldehído o cetona a usar en 10 ml. de Etanol, y luego éstos se agregan a 20 ml. de solución de 2.4 Dinitrofenilhidracina.

Se deja reposar la mezcla y luego se recogen los cristales en un embudo pequeño por filtración al vacío. Se secan los cristales, se determina su punto de fusión y el rendimiento.

TABLA DE CONSTANTES FÍSICAS

Nombre	Fórmula	Peso Molecular	Pto.	Pto.	Densidad

del Compuesto	del Compuesto	(g/mol)	de Ebullición (C°)	de Fusión (C°)	"d" (g/cm ³)
2,4 Dinitro-fenil-hidrazona.		198.14	117.2	-89.5	0.8098
Dicromato de Sodio Dihidratado	Na ₂ Cr ₂ O ₇ .2H ₂ O	298	—	—	2.398
Etanol	CH ₃ -CH ₂ -OH	46.07	78.3	-117.3	0.789
Ácido Sulfúrico	H ₂ SO ₄	98.08	338	10.36	1.841
1-Butanol	CH ₃ (CH ₂) ₃ -OH	74.12	117.2	-89.5	0.8098
1-Octanol	CH ₃ (CH ₂) ₇ -OH	130.23	98 (19)	-16.7	0.8270 (20/4)
2-Octanol	CH ₃ CH ₂ (OH)- (CH ₂) ₅ -CH ₃	130.23	86 (20)	—	0.8201 (20/4)
Ciclohexano		100.16	161.1	25.15	0.9624

TABLA DE TOXICIDADES Y PRIMEROS AUXILIOS

Compuesto	Toxicidad	Primeros Auxilios
2,4 Difenilhidrazona	Venenoso por inhalación, ingestión o absorción de la piel. Produce náuseas, vómito, diarrea, dolor de cabeza y estupor. Los vapores son irritantes de los ojos, membranas, mucosas y tracto respiratorio superior. Puede ser cancerígeno.	En caso de contacto, lavar inmediatamente la piel y los ojos con grandes cantidades de agua por un espacio de 15 min. aprox. Asegurarse de separar bien los párpados. Si es inhalado, respirar aire fresco. Si no resulta dar respiración artificial. Si la respiración llega a ser dificultosa, suministrar oxígeno directamente. En caso de ingestión, lavar la boca con grandes cantidades de agua, y llame a un especialista. Remover la ropa y el calzado lo más pronto posible.
Ciclohexano	Es dañino si es ingerido o absorbido por la piel. Entre los síntomas por exposición pueden incluirse quemaduras, ronquera, náuseas y vómito. El vapor irrita los ojos, membranas mucosas y el tracto respiratorio.	En caso de contacto, lavar con abundante agua fresca los ojos y la piel. Asegúrese de lavar los ojos separando los párpados. Por inhalación, dar respiración artificial o con oxígeno directamente. En caso de ingestión enjuague la boca con abundante agua y llame al especialista rápidamente.
Dicromato de Sodio Dihidratado	Posee los mismos riesgos y consecuencias tóxicas que el Permanganato de Potasio, y además produce quemaduras	En caso de contacto, lavar con abundante agua los ojos y la piel. Asegúrese de lavar los ojos separando los párpados. Si es

	severas.	inhalado, respirar aire puro (respiración artificial u oxígeno directamente).En caso de ingestión enjuague la boca con abundante agua. Remover la ropa y el calzado a la brevedad posible.
<i>Ácido Sulfúrico</i>	Causa quemaduras leves. Es dañino si es absorbido o ingerido por la piel. Es extremadamente destructivo para los tejidos de las membranas mucosas y para el tracto respiratorio. Su inhalación puede ser fatal. Por la exposición puede producir vómito, ronquera y náuseas.	En caso de contacto, lavar inmediatamente la piel y los ojos con grandes cantidades de agua. Asegurarse de separar bien los párpados. Si es inhalado, respirar aire fresco. Si no resulta dar respiración artificial u oxígeno directamente. En caso de ingestión, lavar la boca con agua.
<i>Etanol</i>	Peligroso si es ingerido, inhalado o bien absorbido por la piel. Puede causar irritación en la piel. El vapor o gas causa irritación en los ojos.	En caso de contacto con los ojos, lavar con abundante agua fresca. Asegúrese de lavar los ojos separando los párpados. Si es ingerido quitar la ropa y calzado rápidamente. En caso de ingestión enjuague la boca con abundante agua .
<i>Ciclohexano</i>	Puede ser peligroso por inhalación, ingestión o por absorción de la piel. El vapor irrita los ojos, membranas mucosas y el tracto superior respiratorio. Causa irritación de la piel.	En caso de contacto, lavar inmediatamente la piel y los ojos con grandes cantidades de agua. Asegurarse de separar bien los párpados. Si es inhalado, respirar aire fresco. Si no resulta dar respiración artificial u oxígeno directamente. En caso de ingestión, lavar la boca con agua. Lavar la ropa y el calzado antes de volver a ser usado.
<i>1- Butanol</i>	Peligroso si es ingerido, inhalado o bien absorbido por la piel. Puede causar irritación en la piel. El vapor o gas causa irritación en los ojos.	En caso de contacto, lavar con agua los ojos y la piel. Si es inhalado, respirar aire puro, bien sea por respiración artificial o con oxígeno directamente. En caso de ingestión enjuague la boca con abundante agua. .
<i>1- Octanol</i>	Puede ser peligroso por inhalación, ingestión o por absorción de la piel. El vapor irrita los ojos, membranas mucosas y el tracto superior respiratorio. Causa irritación de la piel.	En caso de contacto, lavar con agua los ojos y la piel. Si es inhalado, respirar aire puro, bien sea por respiración artificial o con oxígeno directamente. En caso de ingestión enjuague la boca con abundante agua.
<i>2-Octanol</i>	Peligroso si es ingerido, inhalado o bien absorbido por la piel. Puede causar irritación en la piel.	En caso de contacto, lavar con agua los ojos y la piel. Si es inhalado, respirar aire puro, bien

	El vapor o gas causa irritación en los ojos.	sea por respiración artificial o con oxígeno directamente. En caso de ingestión enjuague la boca con abundante agua.
<i>Sulfato de Sodio Anhidro</i>	Su acción prolongada sobre la piel, puede causar irritación . Su inhalación puede producir dolor de cabeza .Causa daños por ingestión. Sus vapores son irritantes de los ojos, membrana mucosas y tracto respiratorio.	En caso de contacto con los ojos y la piel, lave inmediatamente con abundante agua fresca y jabón, y cuide de separar bien los párpados. Si es inhalado, respirar aire fresco. Si no resulta dar respiración artificial u oxígeno directamente. Lavar la ropa y el calzado antes de volver a ser usado.

Observaciones

Primera Etapa

Al Añadir el H₂SO₄ al Dicromato de Sodio (Na₂Cr₂O₇), se observó un cambio de coloración de naranja fuerte a rojo intenso, notándose un precipitado (arena roja en el fondo). En este momento el fondo del erlenmeyer se calentó.

Cuando se agregó la solución del dicromato más el ácido gota a gota en el alcohol se observaron dedos dentro de éste, y la solución se tornó color marrón. A medida que caían más y más gotas la solución se tornó verde y hervía constantemente, justo donde caían las gotas.

Luego se forma en la parte superior de la solución una capa de burbujas de diferentes tonalidades de verde (aspecto pantanoso).

La solución cada vez ebulle más y se comienza a tornar negra, observándose gran cantidad de burbujas y vapor en el cuello del refrigerante.

El balón por la parte exterior está muy caliente, aunque no se encuentra bajo la acción del mechero.

La solución verde–negra se pone pastosa.

Al dejar de caer el dicromato la solución verde–negra deja de ebullición, ayudándola luego con el mechero a fin de que termine la destilación.

La solución vuelve a hervir otra vez, observándose una gran cantidad de burbujas que ascienden como espuma por el cuello.

A los 37° se comienza a ver vapor en el cuello del refrigerante.

A los 51° se ve la primera gota en el extremo inferior del termómetro.

A la solución se le quita la espuma, colocándose líquida y color verdoso. En este momento se le coloca lana de vidrio alrededor del adaptador de Claisen, con el fin de conservar la temperatura para favorecer la destilación evitando el reflujo.

A los 88° cayó la primera gota en el erlenmeyer, observándose el destilado color blanquecino y formando dos capas (se asemejaba al aceite y el vinagre).

El punto de ebullición observado fue de 96°.

Segunda Etapa

Al añadir 1 ml. del destilado en el Etanol (EtOH), se observó que la mezcla se tornó turbia (disolución).

Luego, al añadir la solución de Brady a la mezcla anterior, ésta se tornó amarillo intenso, mostrándose muy espesa con una superficie de aspecto natoso (se ve como una suspensión).

La solución se filtró y se recogió para dejarla secar.

Luego de una semana, se destapó la muestra y esta todavía estaba un poco húmeda, lo que hizo un poco más dificultosa la introducción de una pequeña cantidad en el capilar para hallarle el punto de fusión.

Resultados

El Volumen Final obtenido después de la destilación fue de 16 ml., obteniéndose el siguiente rendimiento:

$$\% R = \frac{V_f}{V_i} \cdot 100 \quad \% R = \frac{16 \text{ ml.}}{20 \text{ ml.}} \cdot 100 = 80\%$$

Una de las precauciones que debieron haber sido tomadas a la hora de destilar el alcohol fue la de calentar continuamente y de manera suave para así evitar la evaporación del alcohol y no afectar los cálculos de rendimiento de la reacción. Quizás no lo cumplimos cabalmente.

Otros de los posibles errores pudieron haber sido la mala medición de los componentes de las mezclas.

El rendimiento de la reacción del destilado con el reactivo de Brady fue de 0.1 gr.

La razón por la cual se usa el dicromato como oxidante es porque es fácilmente reducible en ácido (H₂SO₄), por consiguiente es un agente oxidante fuerte (Color Naranja).

Es necesario colocar la solución de dicromato y ácido sulfúrico en un baño de hielo, debido a que la reacción entre ellos es exotérmica, y la solubilidad de los gases en los líquidos disminuye con el aumento de la temperatura.

El cambio de color de verde a verde más oscuro llegando a negro en el balón, evidenció el avance de la reacción de oxidación del alcohol.

Sabemos que el proceso de filtración se basa en la diferencia de presión sobre y debajo del papel de filtro, por lo que es de suponer que el proceso que utilizamos para tal fin fue muy eficiente, ya que logramos mantener una diferencia de presión elevada mediante la succión ejercida por el chorro de agua.

El compactamiento de la muestra en el capilar es importante, ya que este evita la presencia de espacios vacíos que se pueden traducir en sobre calentamiento, alterando el valor del punto de fusión.

La identificación del alcohol está determinada por la cercanía del punto de fusión de la muestra con la de los patrones, además por la observación del olor similar a aldehído parecía poder inferirse que el alcohol incógnita estaría entre el 1-Octanol y el 1-Pentanol.

Preguntas

1.-¿ Por qué hay una gran diferencia en la velocidad de oxidación entre un aldehído y una cetona ?

La diferencia en la velocidad de oxidación está en las estructuras de los aldehídos y las cetonas. Por definición un aldehído tiene un átomo de hidrógeno unido al carbono carbonílico, el cual no aparece en una cetona.

Cualquiera que sea el mecanismo exacto, este hidrógeno es sustraído durante la oxidación , bien como un protón o como un átomo, mientras que la reacción análoga para una cetona no tiene lugar.

Los aldehídos además suelen ser más reactivos y presentan un mejor efecto inductivo que las cetonas, por esto los aldehídos se oxidan con mayor facilidad, de allí la diferencia en la velocidad de reacción.

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