



# PRÁCTICA

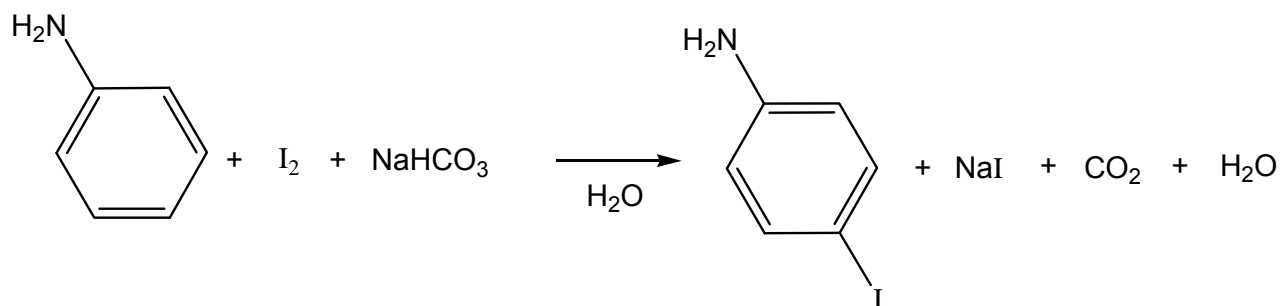
# 4A

## Reacciones de Sustitución Electrofílica Aromática. Obtención de *p*-Yodoanilina.

### I. OBJETIVOS.

- Conocer una reacción de sustitución electrofílica aromática.
- Efectuar una reacción que permita obtener un haluro de arilo.
- Observar el efecto activante del grupo amino en el anillo aromático ante una sustitución electrofílica aromática, al reaccionar con un halógeno poco reactivo ( $I_2$ ).

### REACCIÓN:





	Anilina	Yodo	Bicarbonato de sodio	<i>p</i> -Yodoanilina
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.

Vidrio de reloj	1	Agitador magnético	1
Termómetro de -10 a 400 °C	1	Barra magnética	1
Recipiente eléctrico baño maría	1	Recipiente de peltre	1
Embudo büchner con alargadera y manguera	1	Frascos viales	2
Matraz erlenmeyer de 125 mL	1	Embudo de vidrio	1
Probeta graduada de 25 mL	1	Matraz kitazato	1
Vaso de precipitados de 100 mL	1	Espátula	1
Vaso de precipitados de 400 mL	1	Pinza de 3 dedos con nuez	1
Cámara para cromatografía	1	Portaobjetos	2
Agitador de vidrio	1	Lámpara de UV	1

## III. SUSTANCIAS.

Anilina	1.2 mL	Etanol	1 mL
Hexano	60 mL	Bicarbonato de sodio	1.5 g
Acetato de etilo	1 mL	Yodo	2.7 g
Gel de sílice	2 g	Carbón activado	0.3 g
Agua destilada	100 mL		



#### IV. INFORMACIÓN.

La presente práctica es un caso de una sustitución electrofílica aromática ( $S_{E}A$ ). El yodo constituye el electrófilo, el cual es atacado por el anillo aromático para producir el intermediario sigma con carga positiva.

El grupo amino en la anilina es un activador del anillo aromático, de ahí que su rapidez de reacción sea superior a la del benceno y además es un orientador *orto* y *para*. Sólo se observa el ataque del anillo aromático en la posición *para*, debido a que la molécula de yodo permite una interacción estérica con la amina, la cual por su geometría (tetraédrica), impide un acercamiento a las posiciones vecinas (*orto*).

#### V. PROCEDIMIENTO.

En un matraz erlenmeyer de 125 mL, mezcle 1.5 g de bicarbonato de sodio, 20 mL de agua destilada y 1.2 mL de anilina. Enfríe exteriormente por medio de un baño de agua-hielo, tratando de mantener una temperatura entre 12-15 °C. Usando el agitador magnético, agite constantemente y añada 2.7 g de yodo (*Nota 1*) en pequeñas porciones, de manera que la adición dure 15 min.

Una vez terminada la adición, continúe la agitación durante 20 min, manteniendo la temperatura entre 12-15 °C. Se observa la formación de una emulsión café oscuro y el desprendimiento de  $CO_2$ .

Deje la mezcla de reacción a temperatura ambiente por 10 min. Después de este tiempo la reacción es completa y se observa un precipitado café oscuro (*Nota 2*) y el desprendimiento de  $CO_2$  ha cesado.

Filtre el precipitado al vacío y lávelo con tres porciones de 20 mL de agua destilada. Para recrystalizar el producto, coloque el sólido en un matraz erlenmeyer de 125 mL y agregue 40 mL de hexano, hierva a baño maría por 5 min, manteniendo el volumen constante.



Posteriormente agregue 0.1 g de carbón activado (para decolorar la disolución) y vuelva a hervir. Filtre en caliente y lave el residuo con 5 mL más de hexano. Coloque el filtrado en un baño de hielo hasta que el producto precipite y vuelva a filtrar el precipitado al vacío (*Nota 3*). Mida la masa y el punto de fusión del producto obtenido y calcule el rendimiento de la reacción. Realice una cromatografía en placa fina, comparando la anilina con el producto, para lo cual coloque una pequeña cantidad del sólido obtenido en un frasco vial y disuélvalo con una pequeña cantidad de etanol. Haga lo mismo con una pequeña cantidad de anilina. Aplique las muestras en una cromatoplaaca y eluya con una mezcla de hexano-acetato de etilo (80:20). Revele con luz ultravioleta.

### **Notas:**

- 1) La masa del yodo se mide en un frasco vial y se mantiene tapado.
- 2) Se forma un aceite oscuro que se va convirtiendo en precipitado a medida que transcurre el tiempo.
- 3) La filtración debe hacerse lo más rápidamente posible para evitar que el aire circule a través de los cristales por un tiempo prolongado porque el producto se oxida fácilmente.

## **VI. ANTECEDENTES.**

- a) Sustitución electrofílica aromática.
- b) Métodos de obtención de haluros de arilo.
- c) Mecanismo de reacción y efecto de los sustituyentes.
- d) Propiedades físicas, químicas y toxicidad de reactivos y productos.

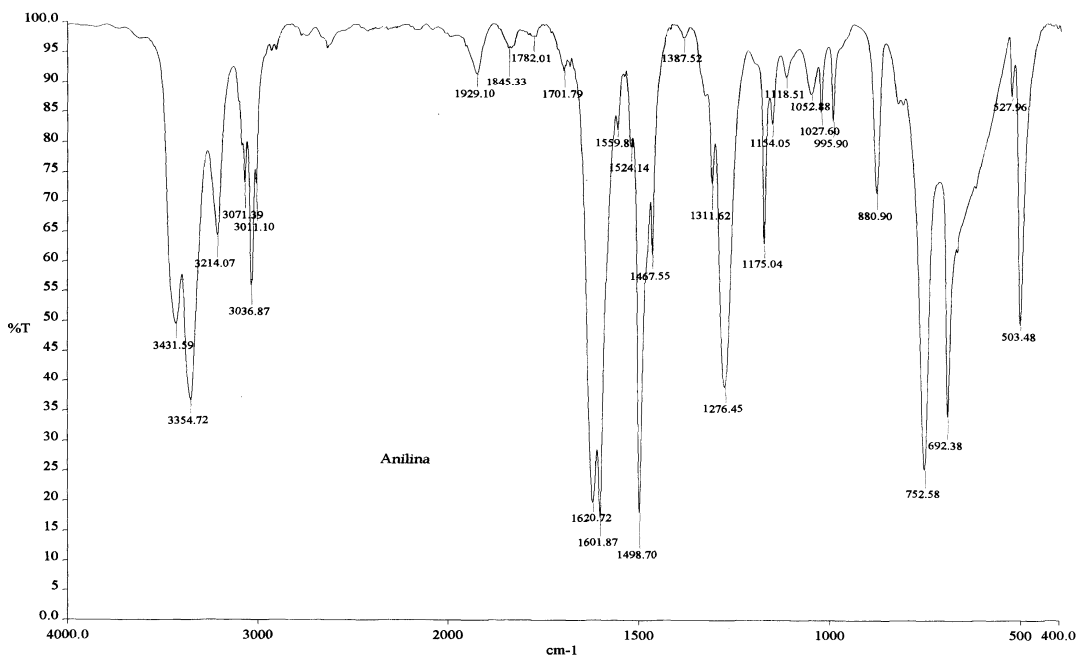


## VII. CUESTIONARIO.

- 1) ¿Qué efecto tiene el grupo amino de la anilina en una reacción de sustitución electrofílica aromática?
- 2) ¿Cuál es el electrófilo?
- 3) ¿Cuál es la función del bicarbonato de sodio en esta reacción?
- 4) De acuerdo a sus propiedades físicas, ¿de qué otra manera se puede purificar la *p*-yodoanilina además de la recristalización?
- 5) Asigne las bandas principales presentes en los espectros de IR a los grupos funcionales de reactivos y productos.

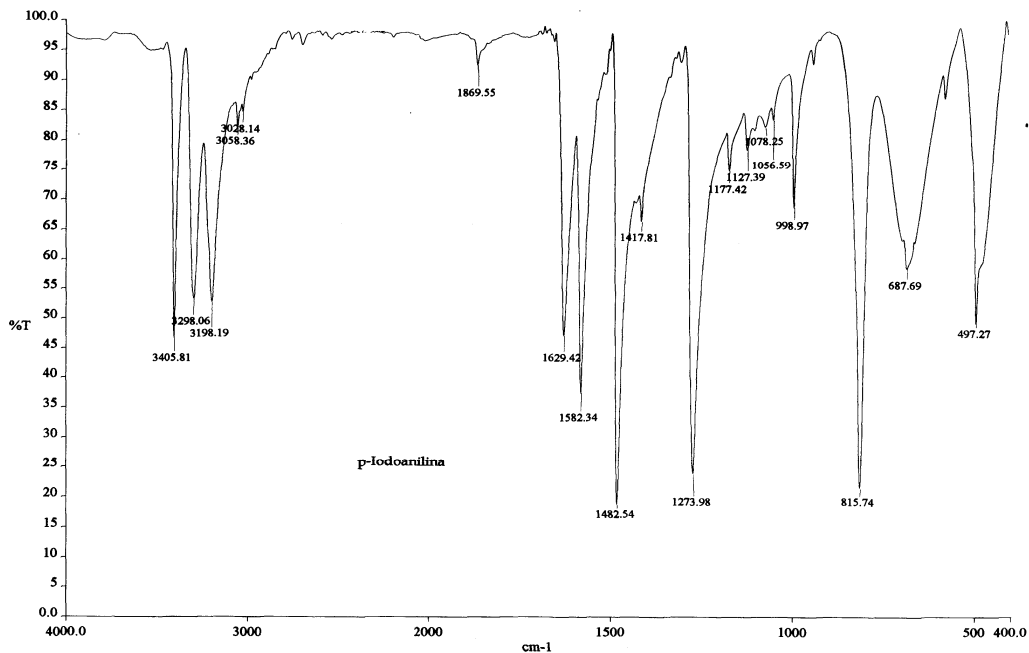
## VIII. ESPECTROS DE IR.

a) Espectro de IR de la anilina.





b) Espectro de IR de la *p*-yodoanilina.

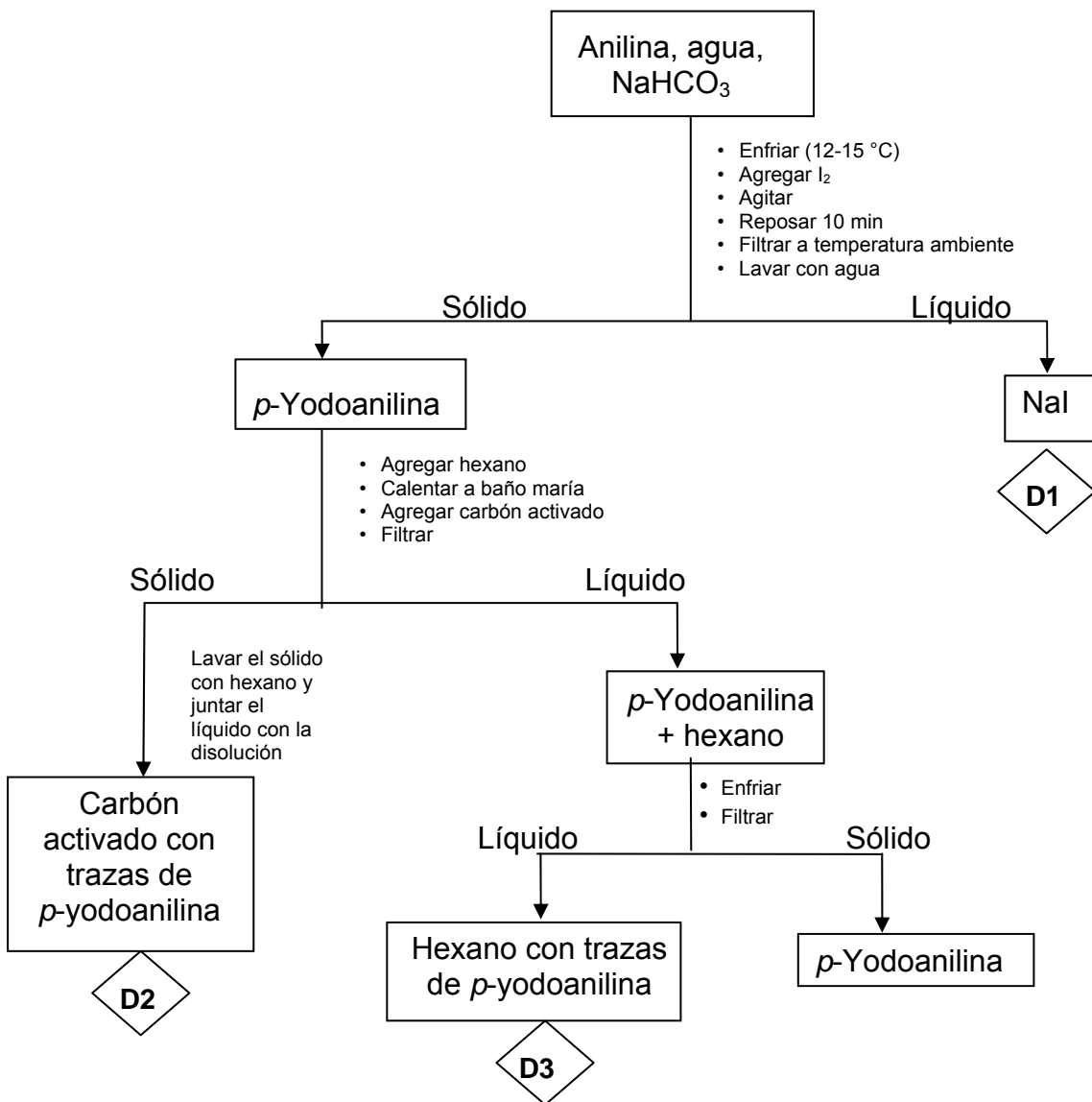


## IX. BIBLIOGRAFÍA.

- 1) Brewster, R. Q., *Organic Syntheses*, Coll. Vol. 2, 347, 1943.
- 2) Hogdson, H., Marsden, E. J., *J. Chem. Soc.*, 1937, p. 1365.
- 3) Vogel, A. I., *Vogel's Textbook of Practical Organic Chemistry*, John Wiley, New York, 1989.



## OBTENCIÓN DE *p*-YODOANILINA.



**D1:** Recupere el NaI.

**D2:** Lave el carbón activado con una disolución de NaHCO<sub>3</sub> al 10% y confíne para incinerar. La disolución se desecha al drenaje.

**D3:** Si el hexano es una cantidad considerable, se puede recuperar. El sólido se puede emplear para análisis elemental orgánico.

