



PRÁCTICA

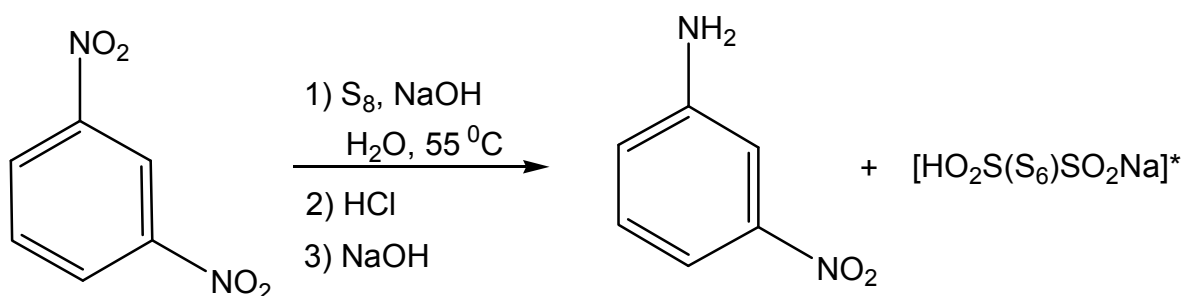
7

Reducción del Grupo Nitro. Obtención de *m*-Nitroanilina a partir de *m*-Dinitrobenceno.

I. OBJETIVOS.

- Efectuar una reducción selectiva de un grupo nitro del *m*-dinitrobenceno, para obtener la *m*-nitroanilina.
- Realizar la separación y la purificación de una amina con base a sus propiedades ácido-base.

REACCIÓN:



* El producto que se obtiene a partir del S₈ no ha sido identificado.



	<i>m</i> -Dinitrobenceno	Azufre	<i>m</i> -Nitroanilina
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.

Matraz bola de fondo plano de 125 mL	1	Espátula	1
Matraz erlenmeyer de 125 mL	2	Vidrio de reloj	1
Agitador de vidrio	1	Barra de agitación	1
Matraz kitazato 250 mL con manguera		Vaso de precipitados 50 mL	1
Pinza de 3 dedos con nuez	2	Probeta de 25 mL	1
Parrilla de agitación con calentamiento		Embudo büchner con alargadera	1
Embudo de vidrio de tallo corto	1	Refrigerante para agua	
T de destilación	1	Tapón quickfit	1
Colector	1		

III. SUSTANCIAS.

<i>m</i> -Dinitrobenceno	1.0 g	Hidróxido de sodio	0.85 g
Azufre	1.7 g	Etanol	20 mL
Disolución de ácido clorhídrico (20 %)	10 mL	Disolución de hidróxido de sodio (30 %)	20 mL
Carbón activado	5 g		



IV. INFORMACIÓN.

La reducción de un grupo nitro a un grupo amino supone la reducción del átomo de nitrógeno a su estado de oxidación más bajo.

Es el método más útil para preparar aminas, porque utiliza materias primas fáciles de adquirir y genera el tipo más importante de aminas: las aminas primarias aromáticas.

La reducción catalítica o mediante cloruro estannoso son las más utilizadas en el laboratorio.

Las aminas aromáticas primarias resultantes de la reducción de estos nitrocompuestos se convierten, sin mayores problemas en sales de diazonio. A su vez el grupo diazo de estas sales es reemplazable por una gran variedad de otros grupos.

V. PROCEDIMIENTO.

En un matraz bola de 125 mL adicione 1.0 g de *m*-dinitrobenceno, 1.7 g de azufre en polvo y una disolución de hidróxido de sodio en una mezcla de etanol-agua (se disuelven 0.85 g de NaOH en 7.5 mL de agua y 7.5 mL de etanol). Se adapta un refrigerante de agua en posición de reflujo y se calienta con agitación magnética durante 45 min. Terminado el tiempo de calentamiento, se adapta un equipo de destilación simple y se destila el etanol. Una vez destilado el etanol, la mezcla de reacción se vierte sobre un vaso de precipitados de 50 mL que contenga 5 mL de una disolución de ácido clorhídrico al 20 % (compruebe que el pH de la mezcla de reacción sea de 1). La mezcla de reacción se filtra por gravedad y al filtrado, bajo agitación se le adiciona una disolución de hidróxido de sodio al 30 % hasta que la disolución tenga un pH básico (compruebe que el pH de la mezcla de reacción sea de 10-12). Se obtiene un precipitado el cual se aísla por filtración al vacío, se deja secar, se mide la masa y el punto de fusión y se determina el rendimiento de la reacción.



VI. ANTECEDENTES.

- a) Diferentes agentes reductores para obtener aminas a partir de derivados nitrados.
- b) Agentes reductores selectivos de grupos nitro más empleados en el laboratorio.
- c) Importancia de esta reacción como método preparativo de aminas.
- d) Reducción de derivados nitrados en medio básico y productos que se pueden aislar en esta reducción.
- e) Efecto de los sustituyentes en la regioselectividad de la reducción selectiva de compuestos polinitrados.
- f) Toxicidad de reactivos y productos.

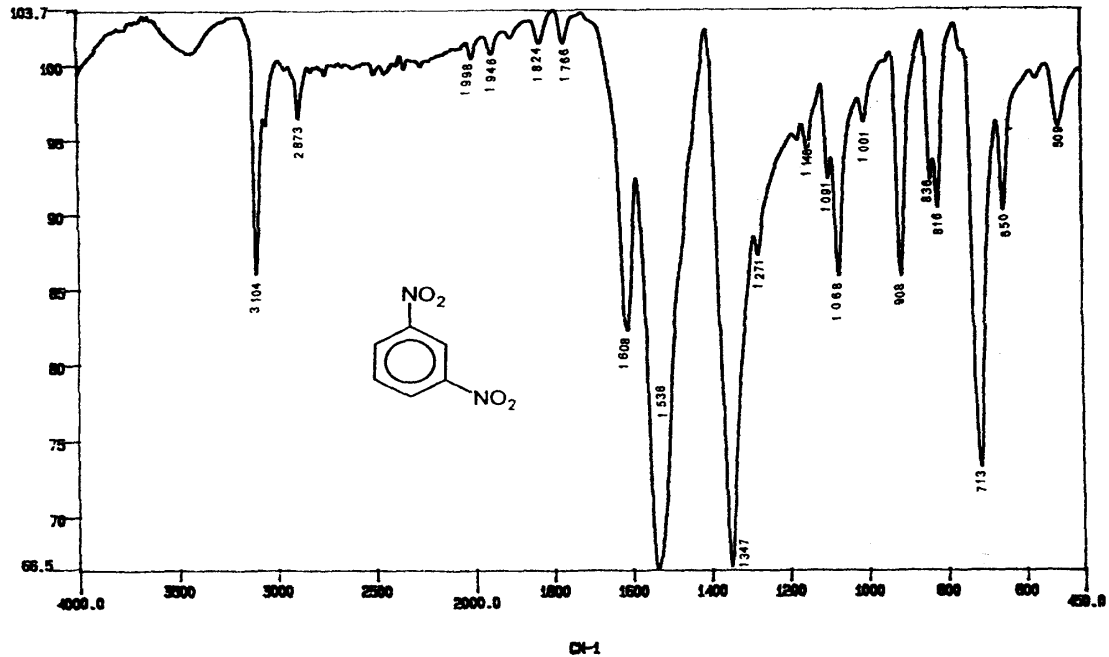
VII. CUESTIONARIO.

- 1) ¿De qué manera eliminó el *m*-dinitrobenceno que no reaccionó?
- 2) ¿Cómo se eliminaron los restos del azufre del seno de la reacción?
- 3) ¿Cómo regeneró al final la amina ya purificada?
- 4) ¿Qué le sucedería a usted si permanece en contacto directo y prolongado con la *m*-nitroanilina?
- 5) ¿Es tóxico el *m*-dinitrobenceno?
- 6) ¿Qué pH tienen los efluentes líquidos de la reacción?
- 7) ¿Qué tratamiento les daría para desecharlos en el drenaje?
- 8) Asigne las bandas principales presentes en los espectros de IR a los grupos funcionales de reactivos y productos.

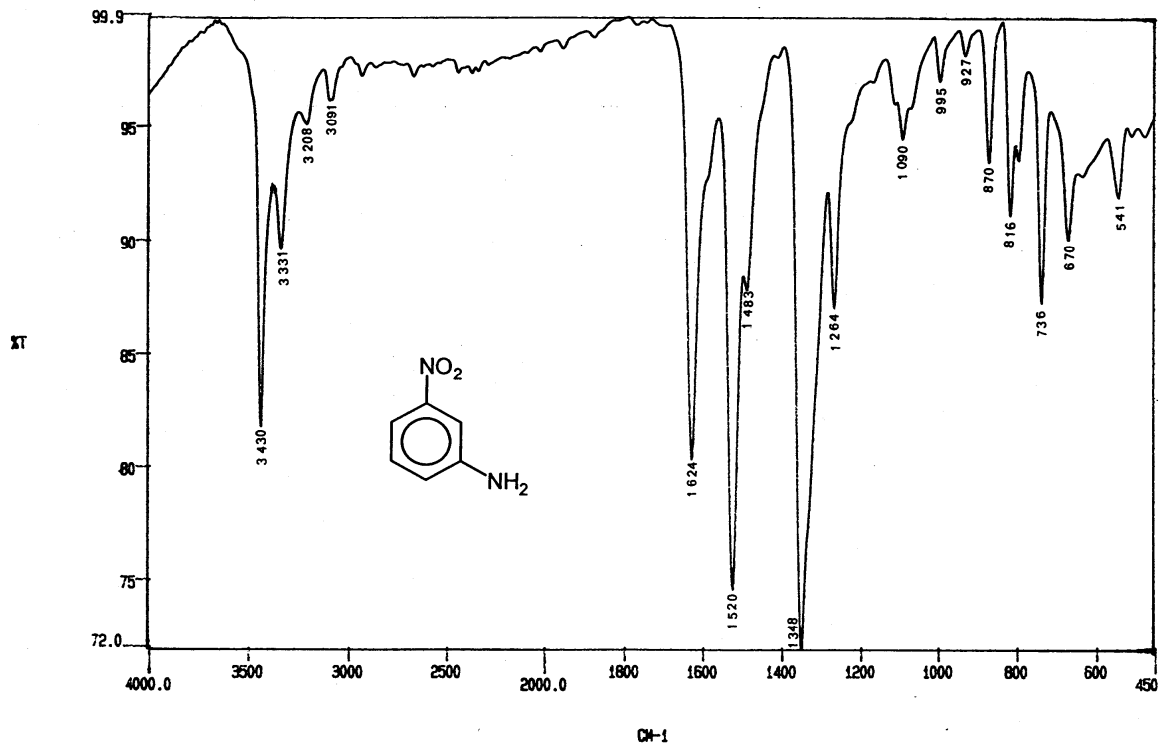


VIII. ESPECTROS DE IR.

a) Espectro de IR del *m*-dinitrobenzeno.



b) Espectro de IR de la *m*-nitroanilina.



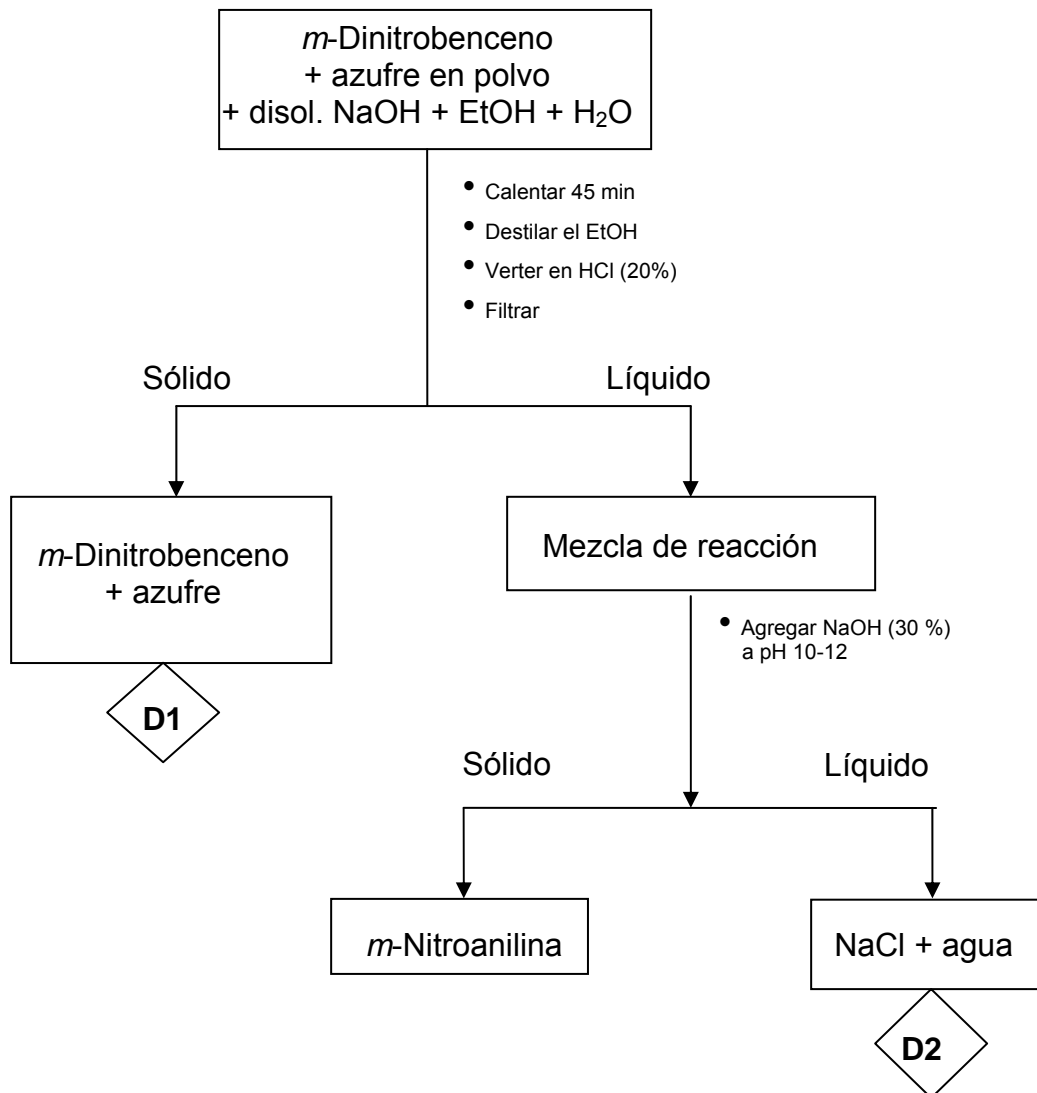


VIII. BIBLIOGRAFÍA.

- 1) Allinger, N. L., *et al.*, Química Orgánica, Reverté, Barcelona, 1984.
- 2) Fieser, L. F., Williamson, K. L., Organic Experiments, D. C. Heath, Massachusetts, 1992.
- 3) Solomons, T. W. G., Fundamentals of Organic Chemistry, John Wiley, New York, 1997.
- 4) Vogel, A. I., Vogel's Textbook of Practical Organic Chemistry, John Wiley, New York, 1989.
- 5) Wade, Jr. L. C., Química Orgánica, Pearson Educación, Madrid, 2004.
- 6) Weiss, H.; *Journal of Chemical Education* 43, 384-385, 1966.
- 7) Niknam, K., Kiasat, A. R., Kazemi, F., Hossieni A., *Phosphorus, Sulfur, and Silicon and Related Elements* 178, 1385-1389, 2003.
- 8) McLaughlin, M. A., Barnes, D. M., *Tetrahedron Letters* 47, 9095-9097, 2006.



OBTENCIÓN DE *m*-NITROANILINA.



D1: Separar los sólidos de la disolución y confinarlos. La disolución se absorbe sobre carbón activado, éste se manda a incinerar. La disolución se desecha por el drenaje.

D2: Separar los sólidos y guardarlos como “problema”. La disolución se neutraliza y se desecha por el drenaje.

