

PRÁCTICA

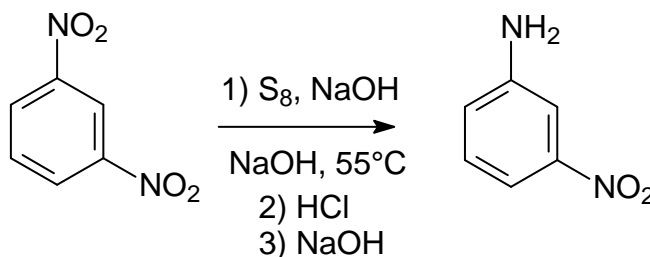
8

OBTENCIÓN DE LA meta-NITROANILINA.

I. OBJETIVOS

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

II. REACCIÓN:



	m-dinitrobenzono	m-nitroanilina
Masa molar (g/mol)		
Punto de fusión (°C)		
Masa (g)		
Cantidad de sustancia (mol)		

III. MATERIAL

Agitador de vidrio	1	Matraz Erlenmeyer de 125 mL	2
Anillo de hierro	1	Matraz Kitazato	1
Baño de agua eléctrico	1	Parrilla de calentamiento con agitación	1
Barra de agitación magnética	1	Pinzas de tres dedos con nuez	2
Embudo Büchner con alargadera	1	Pipeta graduada de 10 mL	1
Embudo de filtración rápida	1	Probeta graduada 25 mL	1
Embudo de separación	1	Recipiente de peltre	1
Espátula de acero inoxidable	1	Tapón esmerilado 14/23	1
Manguera para Kitazato	1	Vaso de pp de 100 mL	2
Matraz bola de 50 mL	1	Vidrio de reloj	1

IV. SUSTANCIAS

m-dinitrobenceno	1.0 g	Etanol	7.5 mL
Azufre	1.7 g	Soln. de ácido clorhídrico al 20%	10.0 mL
Soln. de hidróxido de sodio en EtOH-Agua	15.0 mL	Soln. de hidróxido al 30%	20.0 mL
Agua	7.5 mL	Carbón activado	5.0 g

V. INFORMACIÓN

- La reducción de un grupo nitro a un grupo amino supone la reducción de un átomo de nitrógeno desde su estado de oxidación más alto al 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.

-
- d) 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.

VI. PROCEDIMIENTO:

En un matraz bola de 50 mL adicionar 1.0 g de meta-dinitrobenzeno, 1.7 g de azufre en polvo y una solución 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 minutos. 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 100 mL que contenga 5 mL de una solución de ácido clorhídrico al 20% (compruebe que el pH de la mezcla de reacción sea de 1). La mezcla de reacción se filtra y al filtrado, bajo agitación se le adiciona una solución de hidróxido de sodio al 30% hasta que la solución tenga un pH básico (compruebe que el pH de la mezcla de reacción sea de 8-9). El precipitado se aísla por filtración y se recristaliza de agua hirviendo con carbón activado. La meta-nitroanilina pura se deja secar, se pesa y se determina el rendimiento y el punto de fusión.

VII. ANTECEDENTES

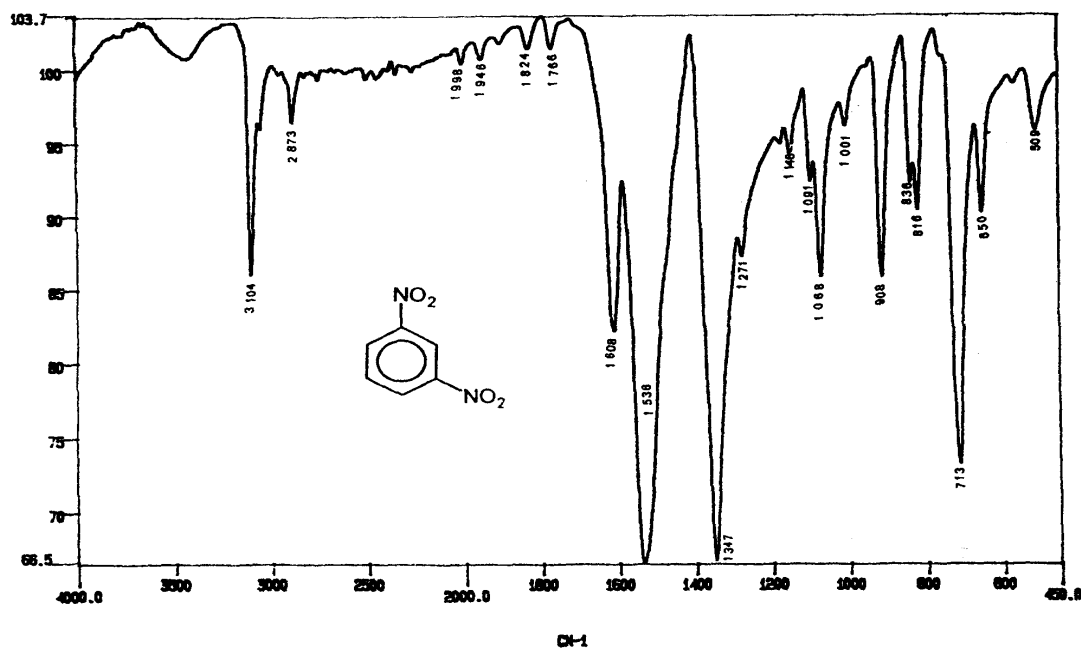
- a) Diferentes agentes reductores para obtener aminas a partir de derivados nitrados.
- b) Agentes reductores selectivos de grupos nitro más empleados en el laboratorio.
- c) Importancia de esta reacción como método preparativo de aminas.
- d) Reducción de derivados nitrados en medio básico y productos 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.

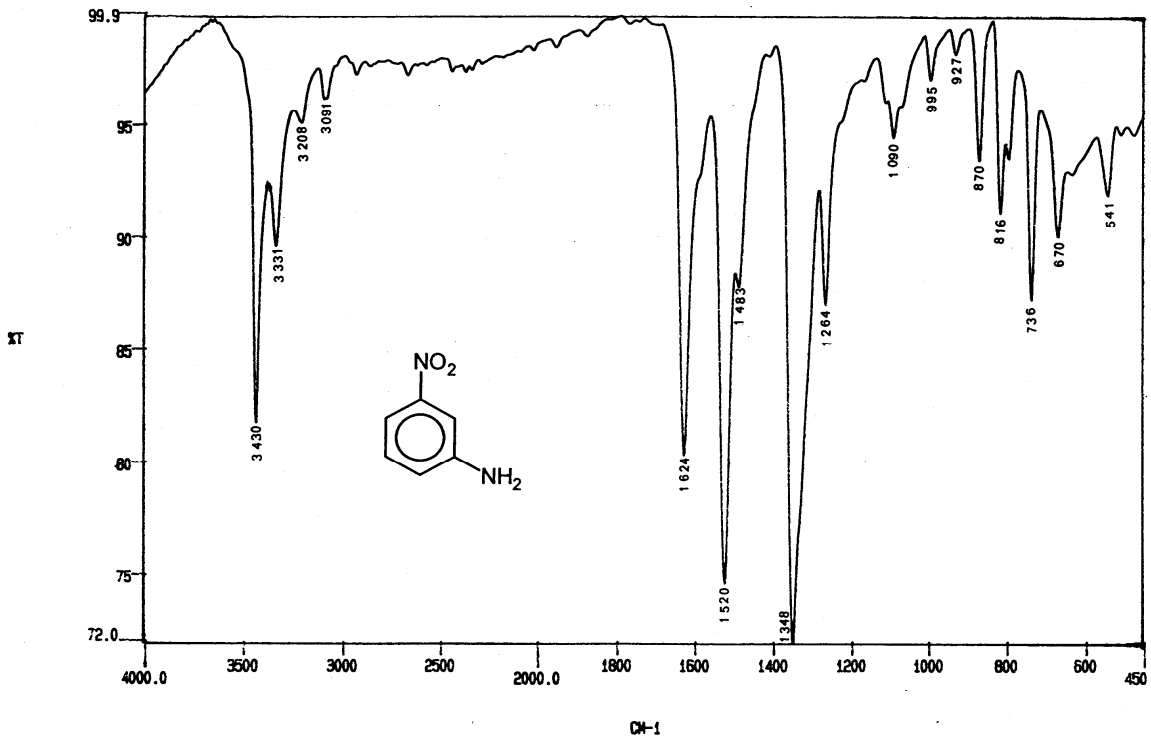
VIII. CUESTIONARIO

- 1) ¿De que manera eliminó el m-dinitrobenceno que no reaccionó?
- 2) ¿Cómo eliminó el azufre que se produjo en el seno de la reacción?
- 3) ¿Cómo regeneró al final la amina ya purificada?
- 4) ¿Qué le sucedería a Ud. si permanece en contacto directo 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?
- 9) Asigne las bandas principales a los grupos funcionales presentes en los espectros de IR de reactivos y productos.

ESPECTROS DE I.R.

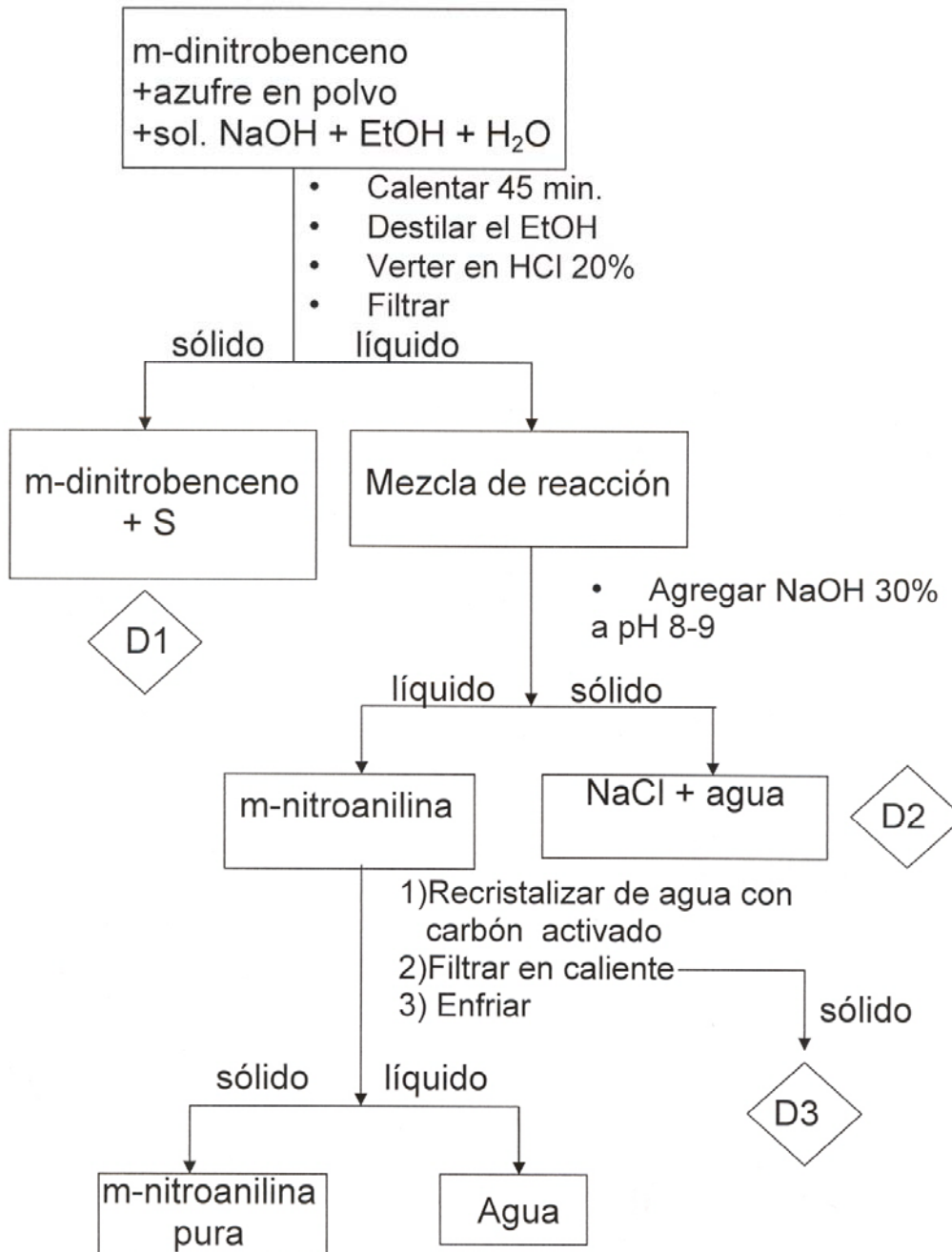


Espectro de IR del *m* - Dinitrobenceno



Espectro de IR de *m*-Nitroanilina

Obtención de m-nitroanilina



D1, D2: Separe los sólidos de la solución y confínelos. Absorba la solución sobre carbón activado, éste se manda a incinerar. Deseche la solución por el drenaje.

D3: Separe los sólidos y confínelos. Neutralice la solución y deseche por el drenaje.

VIII. BIBLIOGRAFIA

- 1) Allinger, N.L. et al., Química Orgánica, Reverté, España, 1975, Org. React. 20, p. 455-481.
- 2) Kremlin, R.J.W. y Still, R.H., Named and Miscellaneous Reactions in Practical Organic Chemistry, Heinemann Educational Books, Londres, Inglaterra, 1967.
- 3) Fieser. Louis F. y Williamson, Kenneth. Organic Experiments, D.C. Heath and Company, EU, 1992, p. 596.
- 4) Roberts, J.D. y Caserio, M.C., Basic Principles In Organic Chemistry. W.A. Benjamin, California, EU, 1964.
- 5) Solomons, T.W. Graham. Fundamentals of Organic Chemistry, John Wiley and Sons, EU, 1964, pp. 635-639, 787, 798-799.
- 6) Vogel, A.I., Textbook of Practical Organic Chemistry, 3a. ed. Longman, Londres, Inglaterra, 1970, pp. 563-574.
- 7) Wade, Jr. L.C., Química Orgánica, Prentice-Hall Hispanoamericana, México, 1993, p. 912.
- 8) Weiss, H. Journal of Chemical Education, 1966, 43, 384-385.