

## PRÁCTICA 2

### a) OBTENCIÓN 2, 4-DINITROCLOROBENCENO.

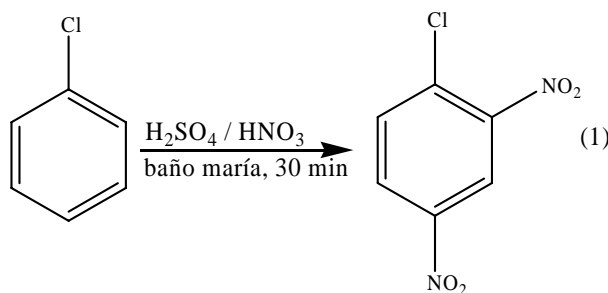
#### ↪ OBJETIVO

- ✓ Efectuar en el laboratorio una reacción de nitración dentro del mecanismo general de sustitución electrofílica aromática **S<sub>E</sub>A**. Obtener un derivado dinitrado, partiendo de un sustrato aromático con un grupo desactivador, orto y para orientador.

#### ↪ GUÍA DE ESTUDIO

- 1) Sustitución electrofílica aromática.
- 2) Reacciones, mecanismos y fundamento químico de la técnica.
- 3) Estructura y propiedades de los reactivos involucrados.
- 4) Purificación por recristalización.
- 5) Propiedades físicas, químicas y usos de 2,4-dinitroclorobenceno.

#### ↪ REACCIÓN



#### ↪ MATERIAL

- |   |  |
|---|--|
| 1 Agitador de vidrio                      | 1 Matraz Erlenmeyer de 250 ml                  |
| 1 Espátula.                               | 1 Vaso de precipitado de 250 ml                |
| 1 Probeta de 25 ml                        | 1 Recipiente de peltre.                        |
| 1 Recipiente para baño María.             | 2 Pinzas de tres dedos con nuez                |
| 1 Matraz Kitazato de 250 ml con manguera. | 1 Termómetro de -10 a 400 °C.                  |
| 1 Buchner con adaptador de hule           | 1 Embudo de filtración rápida.                 |
| 1 Pipeta graduada de 10 ml                | 1 Trampa de humedad.                           |
| 1 Parrilla con agitación.                 | 1 Adaptador (tapón de hule con tubo de vidrio) |
| 1 Barra de agitación magnética.           | 1 Manguera de 30 cm.                           |
| 1 Matraz Erlenmeyer de 125 ml             |  |

#### ↪ SUSTANCIAS

|                             | Cantidad |          |
|-----------------------------|----------|----------|
| Ácido nítrico concentrado   | 15.0 ml  | (21.2 g) |
| Ácido sulfúrico concentrado | 15.0 ml  | (27.6 g) |
| Clorobenceno R.A.           | 2.7 ml   | (3.0 g)  |
| Etanol 96 °                 | 25.0 ml  | (20.3 g) |

## PROCEDIMIENTO

Colocar en un matraz Erlenmeyer de 250 ml, 15 ml ácido nítrico concentrado ( $d = 1.4$ ). Sobre el ácido nítrico, agregar lentamente y agitando cuidadosamente 15 ml de ácido sulfúrico concentrado. Colocar el matraz en un baño María y agregar gota a gota agitando, 3 g de clorobenceno (2.7 ml). Calentar la mezcla en baño maría durante 30 minutos, sin dejar de agitar constantemente (2). Vaciar el contenido del matraz lentamente a un vaso de precipitado de 250 ml, que contenga alrededor de 50 g de hielo picado (3). Agitar la mezcla vigorosamente y filtrar el precipitado al vacío. Lavar el producto en el embudo con 100 ml de agua helada. Cristalizar de etanol (4). Pesarse, calcular rendimiento práctico, determinar punto de fusión y cromatografía (5)

Suspensión: Sílicagel al 35% en cloroformo: metanol, 3:1

Disolvente: Benceno

Eluyente: Benceno

Revelador: UV,  $I_2$  (tenue).

## NOTAS:

- (1) El 2,4-dinitroclorobenceno es un producto muy irritante pues reacciona con los grupos amígenos de las proteínas de la piel, por lo cual debe evitarse su contacto. En caso de sentir irritación en alguna parte de la piel, lavar con agua y alcohol.
- (2) La mezcla de reacción debe ser agitada constantemente con objeto de obtener el compuesto dinitrado. Si no se hace así se obtiene el compuesto mononitrado líquido.
- (3) Al vaciar la mezcla de reacción sobre hielo picado, debe agitarse vigorosamente, tratando de obtener partículas lo más pequeñas posibles.
- (4) Al hacer la recrystalización del producto, se debe agitar y raspar las paredes del vaso, colocado dentro del hielo, para favorecer la formación de forma alotrópicas alfa (p.f.  $53.4^{\circ}\text{C}$ ). Las formas beta y gamma funden a  $43^{\circ}$  y  $27^{\circ}\text{C}$  respectivamente y en caso de no efectuar correctamente la recrystalización, son contaminantes del compuesto alfa.
- (5) El producto deberá guardarse en un lugar fresco, ya que el calor del ambiente, será suficiente para fundirlo

## BIBLIOGRAFÍA

- 1) G. K. Helmkamp & H. W. Johnson Jr, Selectes Experiments in Organic Chemistry, Freeman & Co. Editorial London, 1964. pp. 107
- 2) R. T. Morrison y R. N. Boyd., Química Orgánica 3a Edición, Fondo Educativo Interamericano, S. A. México (1976).
- 3) The Merck Index, 8th Edition, Merck & Co. Inc. Rahway N. J. U.S.A., 1968, página 242

## SÍNTESIS DE 2,4-DINITROCLOROBENCENO

