

PRÁCTICA 4 OBTENCIÓN DE p-YODOANILINA

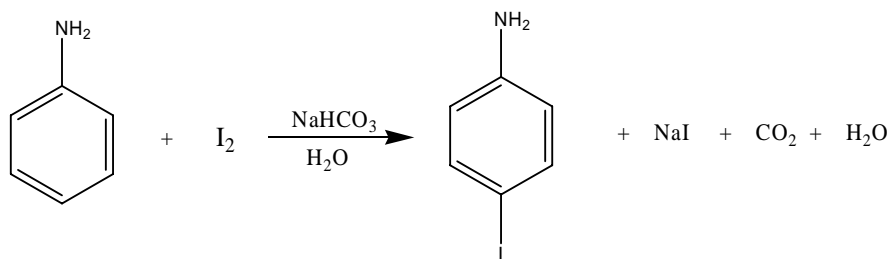
↻ OBJETIVO.

- ✓ Efectuar una reacción que permita obtener halogenados de arilo.
- ✓ Observar el efecto activante del grupo amino en el anillo aromático ante una sustitución electrofílica aromática (SEA), al reaccionar con un halógeno poco reactivo (I₂).

↻ GUÍA DE ESTUDIO.

- 1) Métodos de obtención de halogenuros de arilo.
- 2) Mecanismo de reacción y efecto de los sutituyentes.
- 3) Sustitución electrofílica aromática. Halogenación de compuestos aromáticos.

↻ REACCIÓN.



↻ MATERIALES.

1 Vaso de precipitados de 100 ml	1 Matraz Kitazato de 250 ml con manguera
1 Parrilla con agitación	1 Agitador de vidrio
1 Barra de agitación magnética	1 Matraz Erlenmeyer de 125 ml
1 Termómetro de -10 a 400 °C	2 Pinzas de tres dedos con nuez
1 Recipiente de peltre	2 Frascos viales
1 Probeta graduada de 25 ml	1 Embudo de filtración rápida
1 Espátula	1 Embudo de sólidos
1 Vidrio de reloj	1 Pipeta de 5 ml
1 Embudo Buchner con adaptador de hule	1 Cámara de elución
1 Recipiente para baño María	2 Portaobjetos

↻ SUSTANCIAS.

	Cantidad
Anilina	1.224 g (1.2 ml)
Éter de petróleo o hexano	60 ml
Acetato de etilo	1.0 ml
Etanol 96 °	1.0 ml
Bicarbonato de sodio	1.5 g
Yodo metálico	2.7 g
Sílica gel	2.0 g

🔗 INFORMACIÓN.

Existen tres métodos principales para la preparación de halogenuros de arilo:

- Mediante el método de Sandmeyer, que consiste en la reacción entre una sal de diazonio con halogenuros, (CuCl, CuBr, I₂, KI).
- Como una forma más moderna de obtención de halogenuros de arilo, que consiste en la sustitución de compuestos ariltálicos como halogenuros.
- La forma más directa consiste en una sustitución electrofílica aromática de un hidrógeno por un halógeno en un compuesto aromático. Este método prácticamente sólo es aplicable para el caso del cloro y el bromo, puesto que el flúor es muy reactivo y el yodo lo es muy poco. Sin embargo, cuando el anillo aromático está muy activado, como en el caso de las aminas y fenoles, es posible realizar reacciones de Sustitución Electrofílica Aromática con yodo.

🔗 PROCEDIMIENTO.

En un vaso de precipitados de 100 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. Después agite constantemente (1), y añada 2.7 g de yodo metálico (2,3) en pequeñas porciones, de manera que la adición dure 15 minutos.

Una vez terminada la adición, continúe la agitación durante 20 minutos manteniendo la temperatura entre 12-15 °C (observándose la formación de una emulsión café oscuro).

Deje 10 minutos a temperatura ambiente, después de transcurrido ese tiempo, la reacción es completa, con la formación de un sólido oscuro y el desprendimiento de dióxido de carbono ha cesado. La p-yodoanilina se separa como un sólido oscuro. Filtre el producto crudo a vacío y lave con tres porciones de 20 ml de agua destilada. Coloque el sólido en un matraz Erlenmeyer de 125 ml y agregue 40 ml de éter de petróleo o hexano, hierva en baño María por 5 minutos, manteniendo el volumen constante.

Posteriormente agregue 0.1g de carbón activado. Filtre en caliente y lave el residuo con 5 ml de disolvente. Coloque el filtrado en un baño de hielo hasta que precipite el producto y filtre (4).

Pruebas analíticas.

- Determine el punto de fusión del sólido obtenido (p. f. = 62-63 °C).
- Realice cromatografía en capa fina analítica comparativa.

Coloque una pequeña cantidad del sólido obtenido en un frasco vial y disuélvalo con etanol. Aplique la muestra en una cromatoplaaca y eluya con Acetato de Etilo: Hexano (1:1), revele con luz ultravioleta.

NOTAS:

- (1) La agitación se efectúa con una varilla de vidrio, siendo lo más vigorosa posible.
- (2) El yodo se pesa en un vaso de precipitados y se tapa con un vidrio de reloj.
- (3) Se forma un aceite oscuro que se va convirtiendo en un precipitado a medida que transcurre el tiempo. También se nota el desprendimiento de dióxido de carbono.
- (4) La filtración debe hacerse lo más rápidamente posible y evitar que circule el aire a través de los cristales por un tiempo prolongado, puesto que el producto se oxida con el aire.

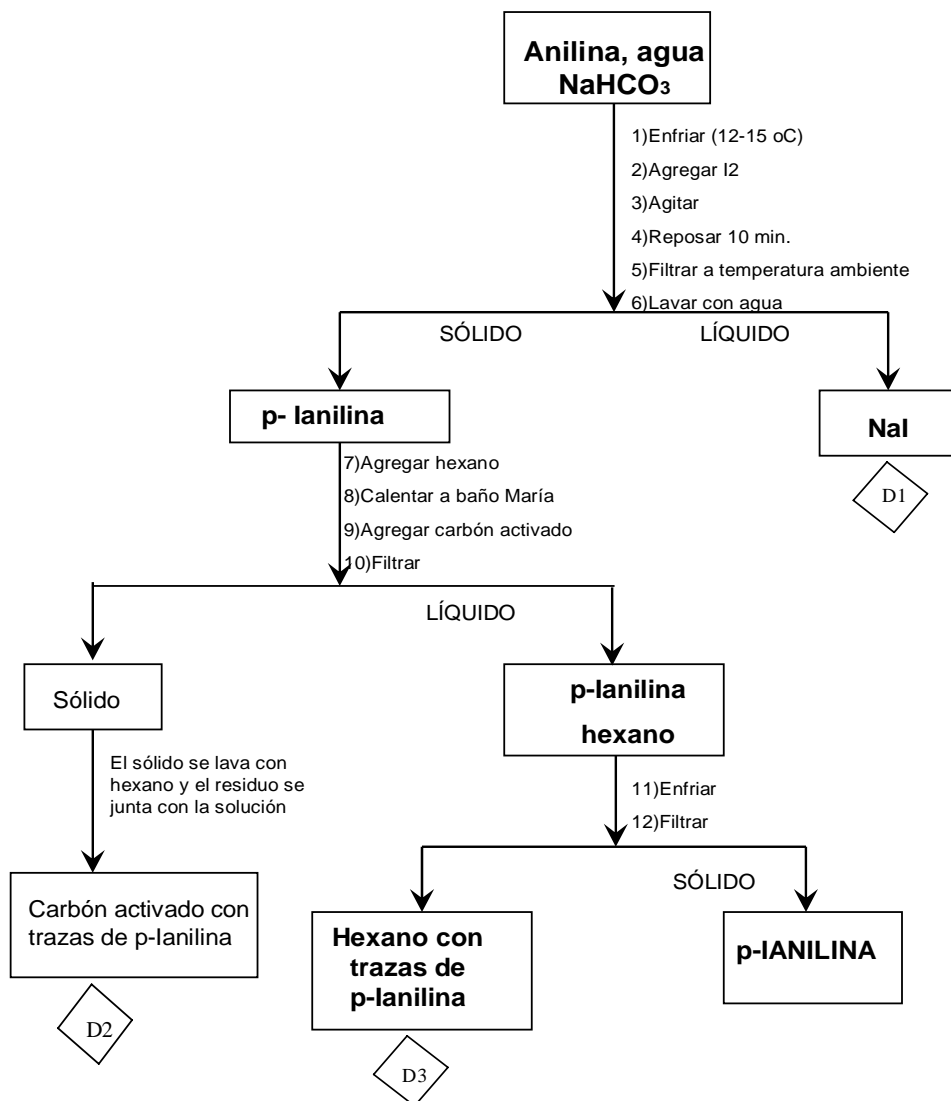
↪ **CUESTIONARIO.**

1. ¿Cuál es la función del bicarbonato de sodio?
2. El yodo es insoluble en agua. ¿qué artificio usaría para solubilizarlo en agua?
3. ¿De qué otra forma, además de la recristalización, se puede purificar la p-yodoanilina del crudo de la reacción considerando sus propiedades físicas?
4. ¿Qué sucedería si llevara la reacción a mayor temperatura?

↪ **BIBLIOGRAFÍA.**

- Blatt, Organic Synthesis. Coll. vol II, Jhon Wiley and Sons, EU, 1943, pp. 347.
- Hogdson, H. y Marsden, E. J., J. Chem Soc., EU, 1937, pp. 1365.
- Vogel, Textbook of Practical Organic Chemistry, 4a. ed., Longman, Londres, Inglaterra, 1978, pp. 143, 629.
- R. T. Morrison y R. N. Boyd., Química Orgánica. 3a Edición, Fondo Educativo Interamericano, S. A. México (1976). pp 348-380, 839-844, 789

OBTENCIÓN DE PARA-YODOANILINA



D1: Recuperar el NaI

D2: El carbón activado se lava con una solución de NaHCO al 10% y se confina para incinerar, la solución se desecha al drenaje

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