

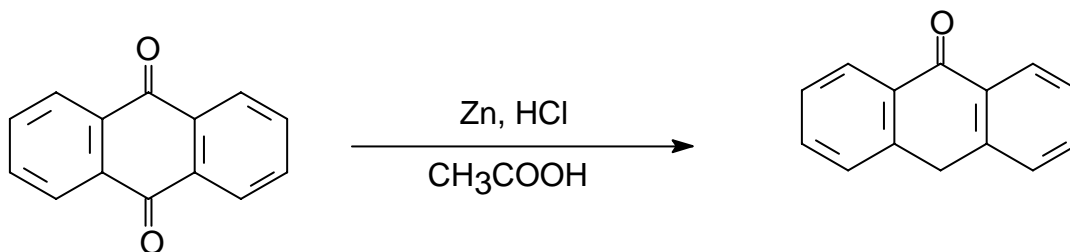
## PRACTICA III

# REDUCCION DE ANTRAQUINONA OBTENCION DE ANTRONA

### I. OBJETIVOS.

- Efectuar una reducción parcial de la antraquinona en uno de sus grupos carbonilo.
- Obtener un producto potencialmente importante para la síntesis de azepinas.

### REACCION



### II. MATERIAL

Matraz pera de una boca	1	Embudo Buchner con alargadera	1
Refrigerante de agua c/mangueras	1	Matraz Kitasato con manguera	1
Mechero con manguera	1	Vaso pp. 125 ml	1
Anillo de fierro	1	Recipiente de peltre	1
Pinza de 3 dedos con nuez	1	Vaso de pp. 250 ml	1
Tela de alambre con asbesto	1	Espátula	1
Pipeta de 10 ml	1	Probeta de 25 ml	1
Baño de agua eléctrico	1		

### III. SUSTANCIAS

Antraquinona	1.0 g	HCl concentrado	6.5 ml
Zn en polvo	1.0 g	Benceno	30 ml
Acido acético glacial	25 ml	Eter de petróleo	10 ml

### IV. INFORMACION

- El Zinc en medio ácido actúa como reductor.
- La antrona se utiliza en la síntesis de azepinas que tienen

utilidad farmacológica.

## **V. PROCEDIMIENTO**

Coloque 1.0 g (3.7 Mol) de antraquinona, 1.0 g de polvo de Zinc (15.3 Mol) y 25 ml de ácido acético glacial en el matraz de pera de una boca. Adapte el refrigerante de agua en posición de reflujo y caliente a ebullición utilizando flama suave del mechero.

Deje escurrir por el refrigerante lentamente 6.5 ml de ácido clorhídrico concentrado, caliente a reflujo durante 2 hs (1). Enfríe a temperatura ambiente y filtre la mezcla de reacción y agregue 2.5 ml de agua al filtrado. Enfríe la solución hasta 10°C raspando para cristalizar la antrona obtenida.

Filtre los cristales de antrona al vacío y lávelos con agua. Deje que se sequen sobre papel filtro.

El punto de fusión de la antrona es 153°C. Recrystalice de una mezcla 3:1 de benceno-éter de petróleo (2).

El punto de fusión del producto recrystalizado es de 155°C.

## **NOTAS**

- 1) En este lapso la antraquinona se deberá haber disuelto completamente. De no ser así, agregue más granalla de zinc y más ácido clorhídrico.
- 2) El éter de petróleo utilizado, deberá tener punto de ebullición de 60-80°C y se usan alrededor de 10-12 ml de mezcla por gramo de producto crudo.

## **VI. ANTECEDENTES**

- a) Diferentes tipos de reductores.
- b) Condiciones necesarias para la reducción de compuestos orgánicos.
- c) Mecanismo de reacción.

## **VII. CUESTIONARIO**

- a) ¿Cuál es el papel del Zinc en esta práctica?
- b) ¿Porqué utiliza ácido acético glacial?
- c) ¿Qué tratamiento se le deberá dar a los efluentes líquidos

de la reacción para poder descartarlos en el drenaje?

### **VIII. BIBLIOGRAFIA**

- 1) Vogel, A. I.  
Practical Organic Chemistry  
3<sup>a</sup>. Ed. Longmans, Londres (1959) p. 740-741.  
4<sup>a</sup>. Ed. Longmans, Londres (1978) p. 781.
  
- 2) Cremlyn, R. J. W. & Still R. H.  
Named & Miscellaneous reactions in Practical Organic Chemistry.  
Heinemann Ed. Books LTD Londres (1967) p. 206
  
- 3) Brewster/Vanderwerf & Mc Ewen  
Unitized Experiments in Organic Chemistry  
3<sup>a</sup>. Ed. New York (1977) p. 261-262.

PRACTICA MODIFICADA POR:

Dra. Elvira Santos, Profa. Ana Adela Sánchez, Profa. Irma Korkowski  
Prof. Fernando León C., Profa. Consuelo Sandoval, Profa. Elba Rojas,  
profa. Patricia Elizalde G. y Profa. Margarita Romero A. (1990).

# OBTENCION DE ANTRONA A PARTIR DE ANTRAQUINONA

(Método alternativo)

## PROCEDIMIENTO

En un matraz pera de una boca, colocar 2.6 g de  $\text{SnCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$  y 3 ml de HCl. (1). Posteriormente adicione un gramo de antraquinona cruda, obtenida del experimento anterior y 15 ml de ácido acético. Agite y adicione piedras de ebullición. Coloque el refrigerante de agua en posición de reflujo y caliente hasta que los cristales de antraquinona se hayan disuelto totalmente. A partir de este momento, mantenga el reflujo 15 minutos más.

Pasado el tiempo de reacción, enfríe la mezcla a  $90^\circ\text{C}$  y adicione gota a gota 3 ml de agua, o hasta saturación de la solución (2), y deje enriar sobre baño de hielo.

Filtre al vacío los cristales obtenidos y lave con agua, fría hasta pH neutro. Determine punto de fusión y haga una cromatoplaqa del producto obtenido y la materia prima.

## **NOTAS.**

- (1) Para favorecer la disolución, caliente suavemente, cuidando que la temperatura no exceda a los  $40^\circ\text{C}$ .
- (2) ¡PRECAUCION! esta adición de agua debe de hacerse con mucho cuidado, ya que se está adicionando a una mezcla ácida, caliente.

PRACTICA PROPUESTA Y PROBADA POR:

Profas. Ana Adela Sánchez M. y Silvia Méndez I. (1990).

## **OBTENCION DE ANTRONA**

**D1:**Las sales residuales deben ser filtradas y enviadas a confinamiento controlado.

Neutralizar la solución.

Agregar Sulfuro de sodio a la solución neutralizada, para formar sulfuro del metal utilizado.

Filtrar la nueva sal formada y enviarla a confinamiento.

Desechar la solución residual por el drenaje.

Precauciones: Acido Acetico Glacial. LD<sub>50</sub>=3310 mg/kg

Irritante severo de mucosas y piel.

Disposición: Llevarlo directamente a incineración o disuelva en un solvente flamable en un horno adecuado.

Productos de descomposición: Monoxido y bioxido de Carbono.