

# CURSO PRÁTICO – QUI 328 e 128

## SÍNTESE DE COMPOSTOS ORGÂNICOS

### Síntese I ( p-Red)

Nitrobenzeno → Anilina → Acetanilida → p-Nitro Acetanilida → p-Nitro Anilina → p-Red

#### 1- OBTENÇÃO DA ANILINA

##### Reagentes:

- Estanho
- Ácido clorídrico (concentrado)
- Nitrobenzeno
- Hidróxido de sódio
- Cloreto de sódio
- Éter etílico
- Carbonato de potássio
- Zinco em pó

##### Materiais utilizados:

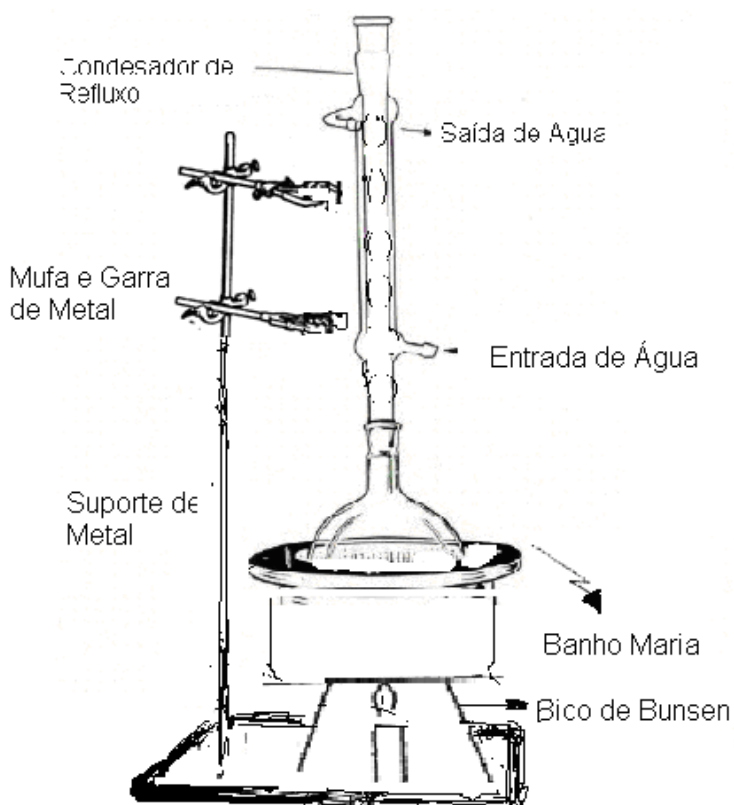
- Balão de fundo chato de 1000 mL
- Condensador de refluxo(bola)
- Condensador de destilação(camisa reta)
- Balão de fundo redondo
- Sistema de Destilador por arraste a vapor
- Funil de separação
- Erlenmeyer de 1000 mL e 125 mL
- Manta de aquecimento e Bico de Bunsen
- Suporte de metal
- Anel de metal
- Garra de metal e Mufa

##### PROCEDIMENTO:

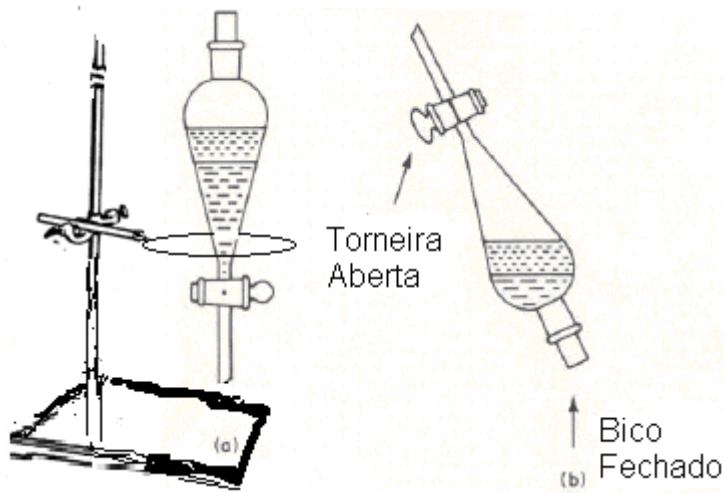
##### Redução com Estanho e Ácido Clorídrico:

Adicionar em um balão de fundo chato de 1000 mL 45 g de estanho e 21 mL de nitrobenzeno. Conectar ao balão um condensador de refluxo. Em seguida, adicionar, pelo condensador de refluxo, porções de 10-15 mL de ácido clorídrico concentrado, até completar 100 mL, agitando vigorosamente. Caso a temperatura da mistura se eleve muito, imergir, temporariamente, o balão em recipiente contendo água fria. Após, aquecer a mistura em banho-maria(**Figura I**), em ebulição, durante 60 minutos. Em seguida, resfriar a mistura para obter o complexo de cloridrato de anilina e cloreto estânico como um sólido de cor branco ou amarelo. Preparar uma solução de hidróxido de sódio(75 g) em água destilada(125 mL) e adicionar ao balão, lentamente, sob agitação, até a

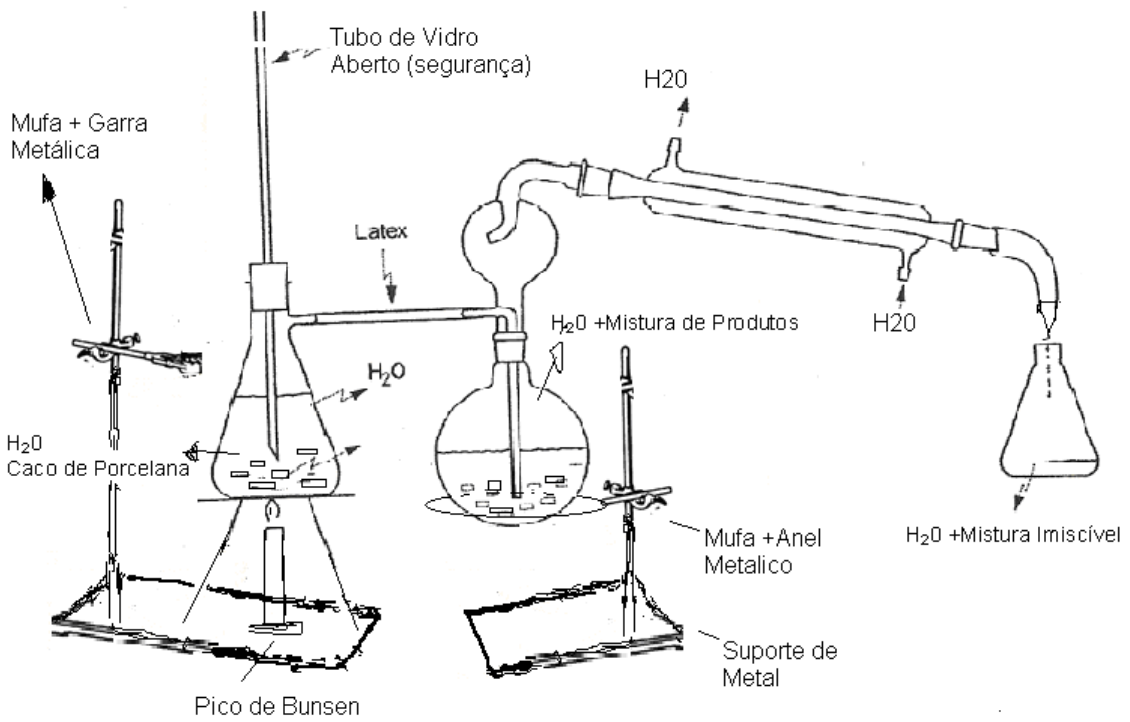
dissolução do produto bruto. Conectar ao balão, contendo a mistura, um sistema de arraste a vapor(**Figura II**). Coletar cerca de 400 mL do destilado em um erlenmeyer de 1000 mL. Como a anilina é solúvel a cerca de 3% em água, adicionar cloreto de sódio à solução até a saturação. Transferir a solução saturada para um funil de separação(1000 mL) e adicionar 30 mL de éter etílico. Agitar para assegurar a transferência de fases da anilina(**Figura III**). Diminuir a pressão dentro do funil, abrindo a torneira do funil de separação. Recolher, pela parte superior do funil, a fase etérea em um erlenmeyer de 125 mL. Resgatar a fase aquosa e repetir por duas vezes o processo. Após resgatar todas as frações da fase etérea adicionar carbonato de potássio para absorção de água da mistura etérea. Finalmente, transferir, cuidadosamente, a solução etérea para um sistema de destilação simples (**Figura IV**). Recolher a anilina pura (p.e.184°) em um erlenmeyer e envolver em papel carbono.



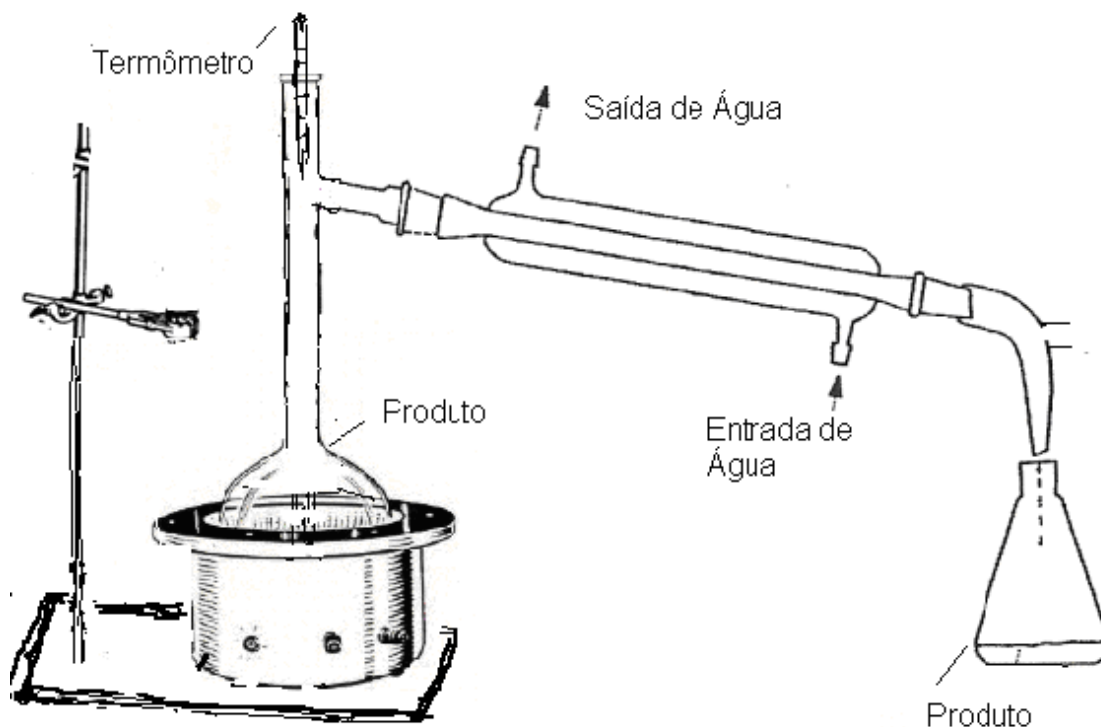
**Figura I Sistema de Refluxo**



**Figura II Sistema de Separação líquido-líquido**



**Figura II Sistema de Destilação por arraste a vapor**



**Figura IV Sistema de Destilação Simples**

## **2- OBTENÇÃO DA ACETANILIDA**

### **Reagentes:**

- Anilina
- Anidrido acético
- Ácido acético glacial

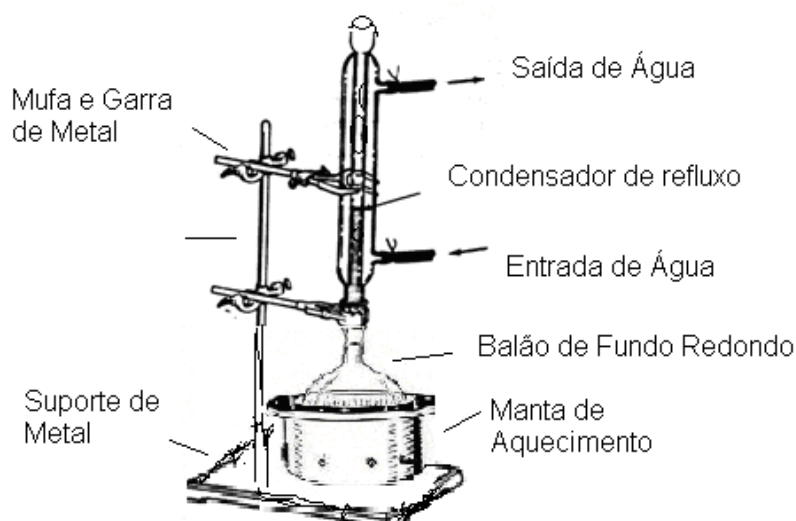
### **Materiais utilizados:**

- Balão de fundo redondo de 250 mL
- Condensador de refluxo
- Erlenmeyer de 500 mL
- Kitassato de 1000 mL
- Funil de Buchner
- Manta de Aquecimento ou Bico de Bunsen

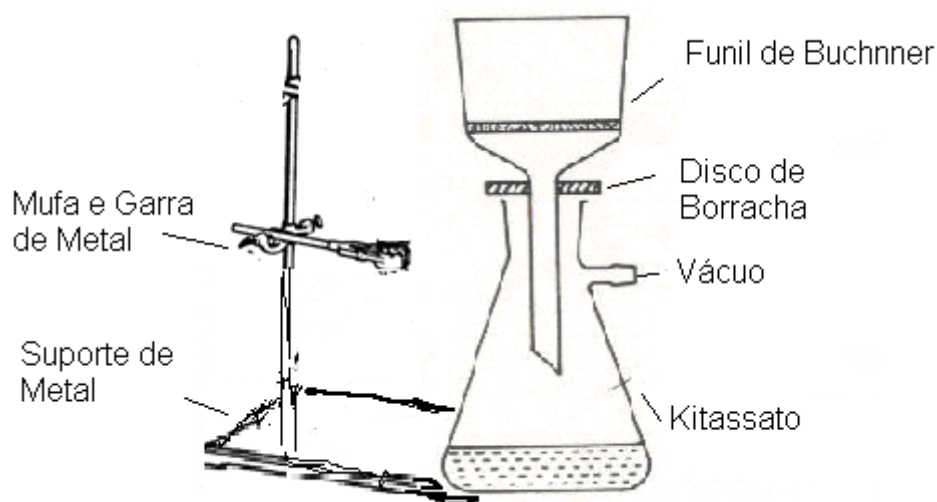
### **PROCEDIMENTO:**

Em um balão de fundo redondo de 250 ml, adicionar 20 ml de anilina, 20 mL de anidrido acético e 20 mL de ácido acético glacial. Após, preparar um sistema de refluxo e aquecer em banho-maria por 30 minutos (**Figura I**). Em seguida, verter a mistura da reação, em uma fina corrente, em um erlenmeyer (1000 mL) contendo 500 ml de água fria, agitando continuamente. Finalmente, filtrar o produto bruto sólido em um sistema à vácuo (**Figura II**), utilizando o funil de

Buchner e lavar o produto com água fria. Recristalizar do produto sólido em água destilada, para obter a acetanilida como um sólido branco (p.f. .... ).



**Figura I Sistema de Refluxo**



**Figura II Sistema de Filtração à Vácuo**

### 3- OBTENÇÃO DA P – NITROACETANILIDA

#### Reagentes:

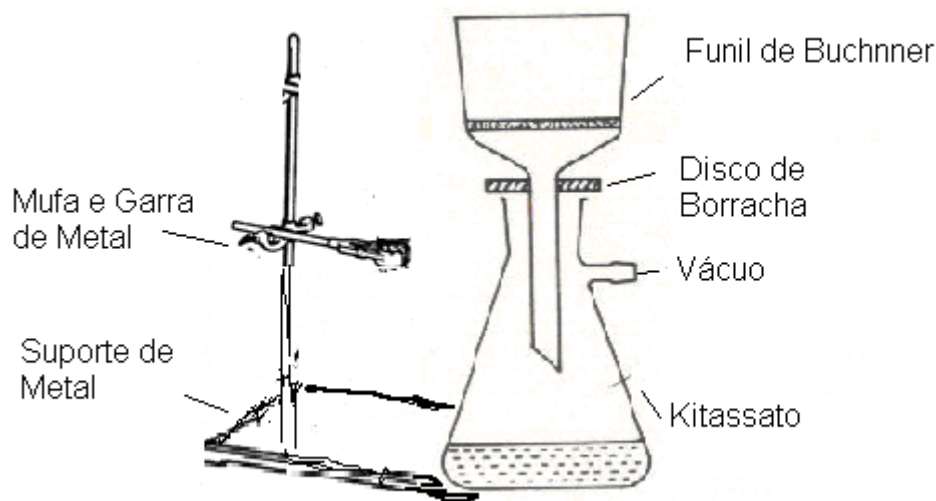
- Acetanilida
- Ácido acético glacial
- Ácido sulfúrico concentrado
- Ácido nítrico concentrado
- Álcool metílico ou etílico

**Materiais utilizados:**

- Béquer de 250 mL , 50 mL
- Funil de Buchner
- Kitassato de 1000 mL
- Erlenmeyer de 1000 mL
- Dessecador contendo ácido sulfúrico

**PROCEDIMENTO:**

Colocar 25 g de acetanilida seca em um béquer de 250 mL e adicionar, lentamente, 25 mL de ácido acético glacial e 50 mL de ácido sulfúrico concentrado, sem que a temperatura ultrapasse a 10°C, para isto, imergir o béquer em uma mistura congelante de sal e gelo. Em outro béquer de 50 mL, colocar 11 mL de ácido nítrico concentrado e 7 mL de ácido sulfúrico concentrado. Quando a temperatura da solução cair entre 0-2°C, verter, gradativamente, a mistura ácida no primeiro béquer, mantendo a temperatura abaixo de 10°C durante a adição. Em seguida, remover o béquer da mistura congelante e deixar à temperatura ambiente por 1 hora. Após, a mistura reacional é vertida em um erlenmeyer(1000 mL), contendo 500 mL de água e gelo picado, obtendo, imediatamente, o precipitado da *p*-nitroacetanilina. Filtrar o produto sólido de cor amarelo pálido em um sistema de filtração à vácuo (**figura I**) e lavar com água fria. Recristalizar o produto amarelo pálido com álcool metílico ou etílico, filtrar o produto cristalino em um sistema de filtração à vácuo (**figura I**) e lavar com um pouco de álcool frio. Remover a *p*-nitroacetanilida puro do funil de buchner e colocar em um béquer. Finalmente, deixar a *p*-nitroacetanilina (ponto fusão .... °C) em um dessecador para remoção de água.

**Figura I Sistema de Filtração à Vácuo**

#### 4- OBTENÇÃO DA P – NITROANILINA

##### Reagentes:

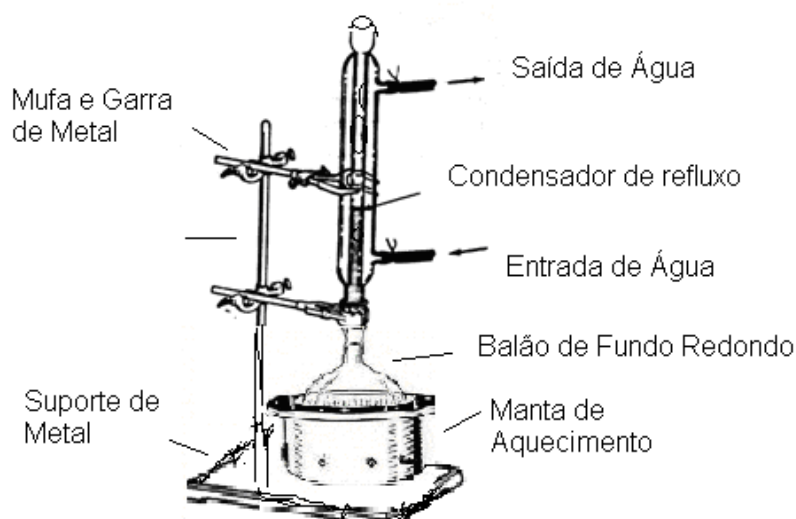
- p-nitroacetanilida
- Ácido sulfúrico a 70%
- Hidróxido de sódio a 20% ou solução de amônia concentrada

##### Materiais utilizados:

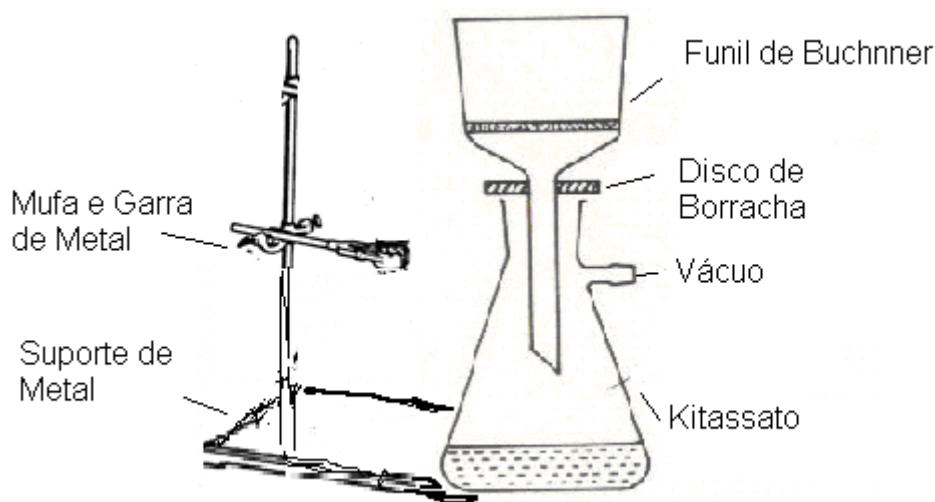
- Balão de fundo redondo de 250 mL
- Condensador de refluxo
- Erlenmeyer
- Funil de Buchner

##### PROCEDIMENTO:

Aquecer em um balão de 250 ml uma mistura de 15 g de p – nitroacetanilida e 75 mL de ácido sulfúrico a 70%. Adaptar a este balão um condensador de refluxo, deixando a mistura durante 30 minutos em banho-maria(**Figura I**). Transferir a solução aquecida para um erlenmeyer contendo 500 mL de água e gelo picado. Precipitar a p-nitroanilina, adicionando um excesso de solução de hidróxido de sódio a 20% ou de solução de amônia concentrada. Filtrar o precipitado num funil de buchner e lavar bem com água destilada (**Figura II**). Recristalizar o produto em água destilada. Após, remoção e secagem do produto, obtém-se a p-nitroanilina pura (p.f. 148°C).



**Figura I Aparelho de Refluxo**



**Figura II Sistema de Filtração à Vácuo**

## 5- OBTENÇÃO DO P-RED

### Reagentes:

- p-nitroanilida
- Ácido clorídrico concentrado
- Nitrito de sódio
- Acetato de sódio
- $\beta$ -naftol
- Solução de hidróxido de sódio 10%
- Água destilada

### Materiais utilizados:

- Béquer de 20 mL, 50 mL, 250 mL
- Banho de gelo
- Provetas de 5,0 mL , 10 mL e 20 mL
- Sistema de filtração à vácuo
- Termômetro
- Bastão de vidro

## PROCEDIMENTO

Adicionar, em um béquer (béquer A, 250 mL; **esquema I**) sob banho de gelo, 1,93g de p-nitroanilina, 4,3 mL de água destilada e, lentamente, 4,3 mL de HCl concentrado, mantendo a temperatura da mistura entre 5-10 °C. observar a suspensão fluida de cor amarela. Em outro béquer (béquer B, 250 mL; **esquema I**), preparar uma solução de nitrito de sódio (1,0 g ) em água destilada (4,0 mL). Em seguida, verter o conteúdo do béquer B(250 mL) no béquer A, mantendo a temperatura da mistura abaixo de 10 °C. Observar que a mistura se torna mais clara à medida que adiciona-se a solução de nitrito de sódio, chegando a dissolver totalmente, porém até ao final da adição ocorrerá a precipitação do sal de diazônio. Terminada a adição, agitar a mistura durante



alguns minutos. Após, adicionar uma solução saturada de acetato de sódio (3,8g) em água destilada (4,0 mL), previamente preparada em outro béquer (béquer C, 250 mL; **esquema I**). Preparar, em outro béquer (béquer D, 250 mL; **esquema I**), uma solução de  $\beta$ -naftol (1,8 g) em NaOH 10% (5,0 mL) e água destilada (20,0 mL). Deixar a solução em repouso até que esfrie. Verter a mistura contendo o sal de diazônio (béquer A+B+C) no béquer D, contendo a solução de  $\beta$ -naftol, sob leve agitação. Rapidamente, ocorrerá a formação do corante *p*-Red, como um sólido amorfo de cor vermelha. Finalmente, após completar a adição, agitar ocasionalmente a mistura por cerca de 10 minutos e filtrar o corante utilizando o sistema de filtração à vácuo. Lavar com bastante água, remover o produto e secar ao ar ou em estufa a 50 °C.

### Esquema I

