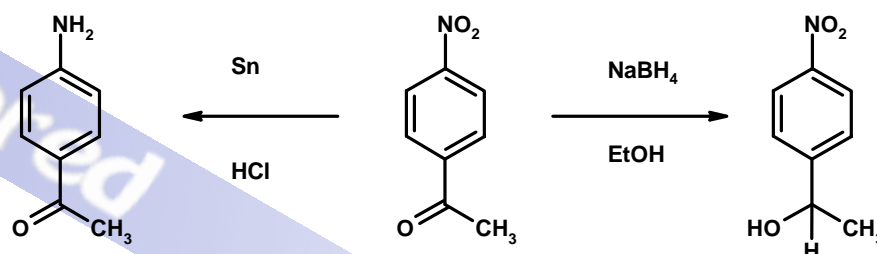


Reducciones quimioselectivas de 4-nitro-acetofenona

Introducción.

La quimioselectividad, reacción selectiva de un grupo funcional en presencia de otros, no es siempre fácil de conseguir y generalmente hay que recurrir a grupos protectores. Sin embargo, si se elige bien el reactivo y condiciones de reacción, la quimioselectividad puede ser efectiva. Este experimento, en dos partes, ilustra la reducción quimioselectiva de 4-nitroacetofenona, un compuesto con dos grupos reducibles (nitro y carbonilo). En la primera parte, el grupo nitro aromático se reduce a amina aromática usando estaño y ácido clorhídrico, un reactivo comúnmente usado para esta transformación, y uno que no reduce grupos carbonilo. En la segunda parte,



la cetona es reducida usando el agente de transferencia de hidruro suave, borohidruro sódico.

Material	Montajes y equipos
Matraz de boca esmerilada	Reflujo
Refrigerante de reflujo	Placa calefactora
Embudo cónico	Filtración por succión
Büchner y Kitasatos	Filtración por gravedad
Erlenmeyer	Extracción
Vaso de precipitados	Rotavapor
Embudo de decantación	

1.- Reducción con estaño y ácido clorhídrico

Reactivos	Cantidad	Observaciones
4-nitroacetofenona	1.65 g	
Estaño granulado	3.3 g	
Ácido clorhídrico concentrado	20 ml	Corrosivo
Hidróxido sódico 40%	20 ml	Corrosivo

2.- Reducción con borohidruro sódico

Reactivos	Cantidad	Observaciones
4-nitroacetofenona	1.65 g	
Borohidruro sódico	0.45 g	Corrosivo, irritante
Etanol	20 ml	Inflamable
Ácido clorhídrico diluído		Corrosivo
Agua	40 ml	
Cloruro de metileno	2 x 20 ml	Tóxico, irritante

Procedimiento

1. Reducción usando estaño y ácido clorhídrico: 4-aminoacetofenona

Cortar el estaño en trozos pequeños y colocarlos en un matraz de 100 ml equipado con un refrigerante de reflujo y un imán. Añadir 1,65 g de 4-nitroacetofenona y después 24 ml de agua y 9 ml de ácido clorhídrico concentrado, Agitar la mezcla y calentar el matraz a reflujo durante 1.5 h (En este punto comenzar la parte 2). Enfriar la mezcla de reacción a temperatura ambiente y filtrarlo por succión si queda estaño sólido. Añadir lentamente 20 ml de disolución de NaOH al 40% al filtrado con agitación y enfriamiento externo. Recoger el precipitado resultante y lavarlo con agua. Suspender el crudo en unos 20 ml de agua, calentar a ebullición, filtrar en caliente, y dejar enfriar el filtrado. Recoger los cristales mediante filtración por succión y dejarlos secar. Determinar el punto de fusión.

2. Reducción usando borohidruro sódico: 1-(4-nitrofenil)etanol

Disolver 1.65 g de 4-nitroacetofenona en 20 ml de etanol caliente en un matraz erlenmeyer de 100 ml. Agitar y enfriar el matraz si la reacción se calienta mucho. Agregar el borohidruro sódico en pequeñas porciones durante unos 5 minutos y agitar la mezcla a temperatura ambiente durante 15 minutos. Añadir una disolución de HCl diluido gota a gota, hasta que cese el burbujeo de hidrógeno, añadir 40 ml de agua, transferir a un embudo de decantación de 100 ml y extraer con 2x20 ml de cloruro de metileno. Combinar los extractos orgánicos y secar sobre Na₂SO₄. Filtrar el agente desecante en filtro de pliegues y evaporar el filtrado en un rotavapor. Calcular el rendimiento de la reacción.

Bibliografía

Vogel's. Textbook of Practical Organic Chemistry 5th Edition, Longman, página 1229
 Experimental Organic Chemistry 3th Edition. Gilbert & Martin. Harcourt, página 539