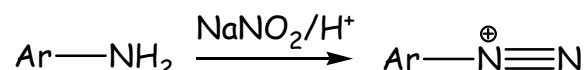


SÍNTESE DO CORANTE “PARA- RED”¹

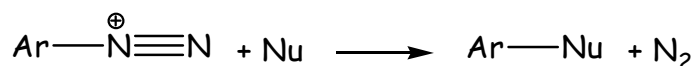
Introdução:

As aminas aromáticas têm um interesse considerável, devido à sua utilidade e fácil obtenção. A anilina, isolada pela primeira vez a partir do alcatrão, o líquido espesso formado durante o aquecimento do carvão na ausência de oxigénio no processo de formação do carvão de gás, é a amina aromática mais simples.

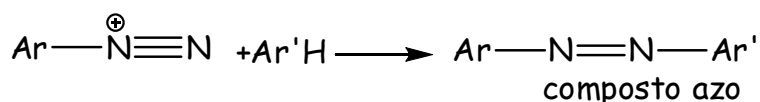
A importância das aminas aromáticas como intermediários sintéticos tem a ver com a facilidade com que podem ser transformadas noutros produtos, *via* sais de diazónio [1]. Estes sais são normalmente formados a partir da reação da amina aromática com nitrito de sódio num meio ácido.



Devido ao facto de possuírem um excelente grupo rejeitado, o azoto molecular, os sais de diazónio podem sofrer reações com uma grande variedade de nucleófilos, dando origem a halogenetos de arilo e fenóis, entre outros compostos.



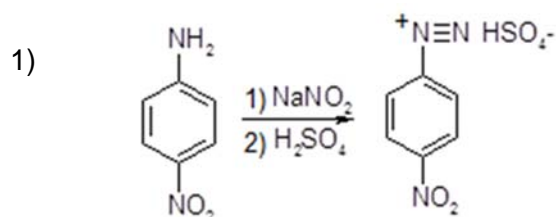
Por outro lado, os sais de diazónio são igualmente óptimos eletrófilos nas reações de acoplamento com outros compostos aromáticos. Os termos diazónio e azo derivam da mesma palavra francesa para azoto, que é “azote”.



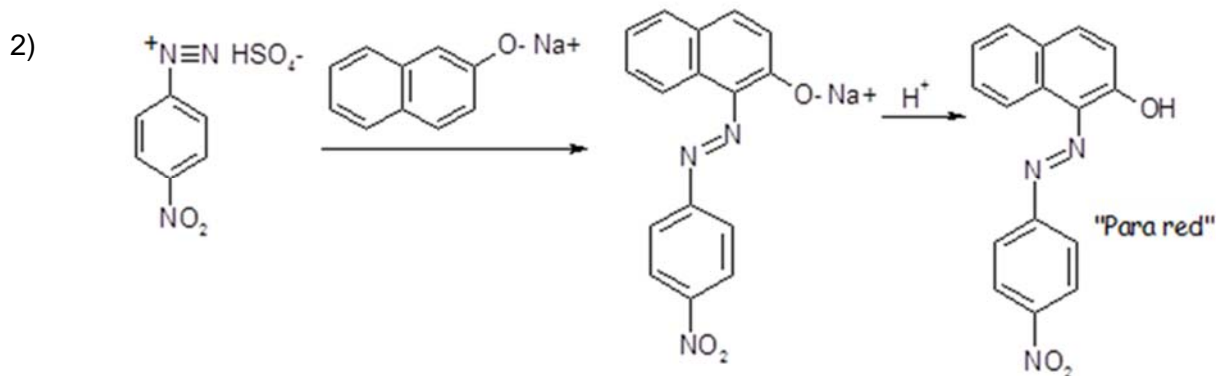
Os derivados de compostos azo são extremamente importantes como corantes e agentes farmacêuticos.

Na primeira parte deste trabalho será preparado o hidrogenossulfato de *p*-nitrobenzenodiazónio a partir da *p*-nitroanilina numa reação de diazotação. Na segunda parte, proceder-se-á à síntese do corante *Para Red* (“american flag red”) numa reacção de acoplamento a partir do sal de diazónio formado [2].

Esquema reaccional



¹ Adaptação de um trabalho cedido pela Prof. Susana Santos, DQB-FCUL.



Reagentes:

p-Nitroanilina, ácido sulfúrico concentrado, ácido nítrico concentrado, etanol a 95%, solução de NaOH 9 M, iodeto de sódio, nitrito de sódio, solução de NaOH 2,5 M, solução de ácido sulfúrico 1 M.

Procedimento experimental

1) Diazotação da *para*-nitroanilina

Faça uma solução de 2,5 mL ácido sulfúrico concentrado em 25 mL de água num erlenmeyer de 150 mL. Agite a solução e adicione a *para*-nitroanilina (0,018 mol, 2,5 g). Arrefeça a mistura num banho de gelo e sal, de modo a manter a temperatura rigorosamente entre 5 e 10 °C.

Mantendo a agitação, adicione à mistura uma solução de nitrito de sódio (0,018 mol, 1,25 g) em 5 mL de água, controlando a velocidade de adição de modo a temperatura se mantenha abaixo dos 10 °C. Mesmo depois da adição completa continue a manter a mistura abaixo dos 10 °C, até que o sal de diazônio que acabou de sintetizar seja utilizado no passo seguinte.

2) Síntese do corante *Para-Red*

Dissolva 2-naftol (0,019 mol, 2,7 g) em 50 mL de uma solução de hidróxido de sódio 2,5 M. Arrefeça a solução até 10 °C, adicionando a quantidade necessária de gelo picado. Cuidadosamente e mantendo a agitação, adicione esta solução ao sal de diazônio sintetizado no passo anterior. Continue a agitar vigorosamente durante mais 5 min e acidifique com uma solução de ácido sulfúrico 1M. Filtre o precipitado vermelho brilhante que se formou. Lave-o com água e seque-o ao ar. Pese o produto depois de bem seco (uma semana na estufa de secagem de compostos) e calcule o rendimento. Trace o espectro de IV.

Bibliografia:

- [1] K. P. C. Vollhardt, N. E. Schore *Organic Chemistry*, 6th ed.; W. H. Freeman and Company: New York, 2011.
- [2] J.R. Mohrig., T.C. Morrill, C.N.Hammond, D.C. Neckers, *Experimental Organic Chemistry*; Freeman, New York, 1997.
- [3] *Handbook of Chemistry and Physics*, D. R. Lide Edt., 84th edition, CRC Press 2004.