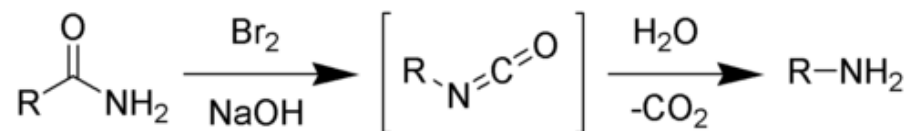


Trabajo práctico número

Obtención de clorhidrato de metilamina por Transposición de Hofmann

Introducción

Las aminas primarias alifáticas se preparan con frecuencia a partir de amidas mediante la degradación de Hofmann, en la que se emplea un hipobromito como reactivo. Durante el proceso de la reacción se produce una transposición molecular; concretamente, un grupo alquilo pasa desde el átomo de nitrógeno adyacente, deficiente en electrones.



Material

Erlenmeyer 500 ml.

Balón de destilación 500 ml.

Equipo de destilación simple

Termómetro (100°C)

Ampolla de decantación

Vaso de precipitado 50 ml.

Acetamida (15g.)

Bromo (15ml o 40g)

Solución de NaOH

Plato poroso

Ácido Clorhídrico diluido

Etanol absoluto

Procedimiento

ATENCIÓN: Se deben tener en cuenta las instrucciones (halladas al final) para manipular el bromo.

En un erlenmeyer de 500ml se ponen 15g de Acetamida y 13ml (40g) de bromo. A esta mezcla se le añaden 120ml de una solución 2,08N de NaOH en porciones de unos 5ml cada vez. Después de cada adición deberá esperarse que la reacción cese antes de añadir más álcali. El erlenmeyer se debe agitar y enfriar exteriormente con agua fría durante toda la operación. Una vez añadido todo el álcali, el líquido tomará un color amarillo brillante debido a la formación de N-bromoacetamida. Si durante el proceso se forma cierta cantidad de precipitado, se añadirá un poco de agua para disolverlo, puesto que podría obstruir la ampolla de decantación en el siguiente paso.

En esta parte de la reacción utilizaremos un balón de destilación de 500ml (en el cual colocaremos el termómetro de 100°C). En el mismo se colocan 150 ml de NaOH 4,16N. La solución de N-bromoacetamida, preparada anteriormente, se vierte en la ampolla de decantación y se deja caer gota a gota sobre la solución de NaOH. Durante esta adición se agita el matraz con frecuencia y se calienta su contenido hasta una temperatura de unos 80-90°C. La reacción es exotérmica, y la calefacción debe interrumpirse si la solución comienza a hervir.

Cuando se ha añadido toda la solución de N-bromoacetamida, se agregan unos trocitos de plato poroso y el matraz se calienta suavemente, protegiéndolo con una tela de amianto. La metilamina gaseosa destila junto con el vapor de agua y un poco de amoníaco. Durante los primeros cinco minutos, la metilamina se recoge sobre 25ml de agua destilada. Después se continúa la destilación, absorbiendo el resto de metilamina en 25ml de HCl diluido (1:1)

Cuando el destilado más la solución de HCl llega a un volumen de unos 100ml, la destilación es detenida y la solución de HCl es evaporada hasta la sequedad a baño maría. Transferir el residuo de clorhidrato de metilamina (que también contiene algo de cloruro de amonio) a un matraz equipado con un tubo de vidrio de unos 60cm de longitud (sirve como condensador de aire) y hervir durante 2 minutos con 25ml de etanol absoluto. Por filtración, remover la solución de clorhidrato de metilamina de la solución de cloruro de amonio. Al evaporar el etanol por baño de vapor, quedará el clorhidrato de metilamina como un sólido blanco.

Notas

1 – Las precauciones que se toman para el manejo del bromo en los diferentes laboratorios pueden variar algo. Con frecuencia, el bromo se mide con una bureta o se toma de una ampolla de decantación (siempre sobre la mesada), sobre una probeta graduada. Debajo de la bureta (o de la ampolla) se debe poner una cápsula para recoger el bromo que pueda verterse. Si, por accidente, cierta cantidad de bromo se pone en contacto con las manos, se deben lavar éstas en seguida, primero con agua y después con alcohol, y sobre el área quemada se aplicarán bicarbonato de sodio humedecido y glicerina.

2 - Solución 2,08N de NaOH se prepara con 10g de NaOH en 120ml de agua. La solución 4,16N se prepara con 25g en 150ml de agua.