

Bol. inst. quím. univ. nal. autón. Méx. XVII, págs. 76-78 (1965).

UN NUEVO APARATO PARA EFECTUAR REDUCCIONES DE BIRCH

A. Sandoval

Contribución No. 199 del Instituto de Química de la Universidad Nacional Autónoma de México.

Recibido, Mayo 29, 1965.

Recientemente se describió un aparato para efectuar reducciones con Na, K, Ca o Li en amoníaco líquido (1). Ahora se describe un nuevo aparato que es más eficiente que el anterior, y que consiste, esencialmente, en un matraz de reacción A y un condensador de CO₂ sólido y acetona B, protegidos por una chaqueta evacuada* (Foto , Fig. 1).

PROCEDIMIENTO

Se coloca un poco de acetona en el condensador B y luego, lentamente, CO₂ sólido, hasta llenar el recipiente. Entonces, por medio del adaptador C y a través de la junta esmerilada 29/42, se hace pasar una corriente del gas que, al licuarse, en el condensador, se va a utilizar como disolvente (NH₃, CH₃-NH₂, etc.). Cuando se ha colectado la cantidad suficiente en el matraz de reacción A, se hace girar al agitador magnético y se agrega la sustancia por reducir (ya sea pura o en solución), y luego se agrega el metal reductor en pequeños trozos, por el tubo central.

Una vez que se terminó la reacción, se puede dejar el aparato has-

* La casa Nester/Faust Manufacturing Corporation — 2401 Ogletown Road, Newark Delaware, pondrá a la venta este aparato.

(1) A. Sandoval, *Chem. and Ind.* 1082 (1960).

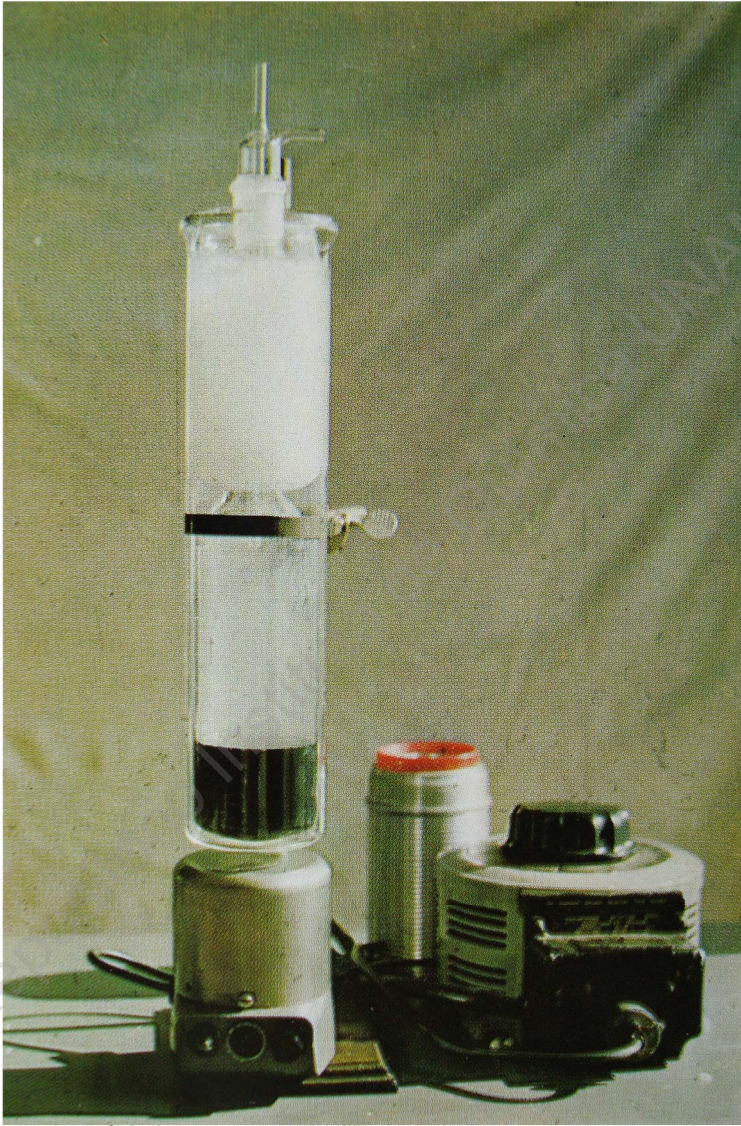


Foto A. Sandoval, 1965.

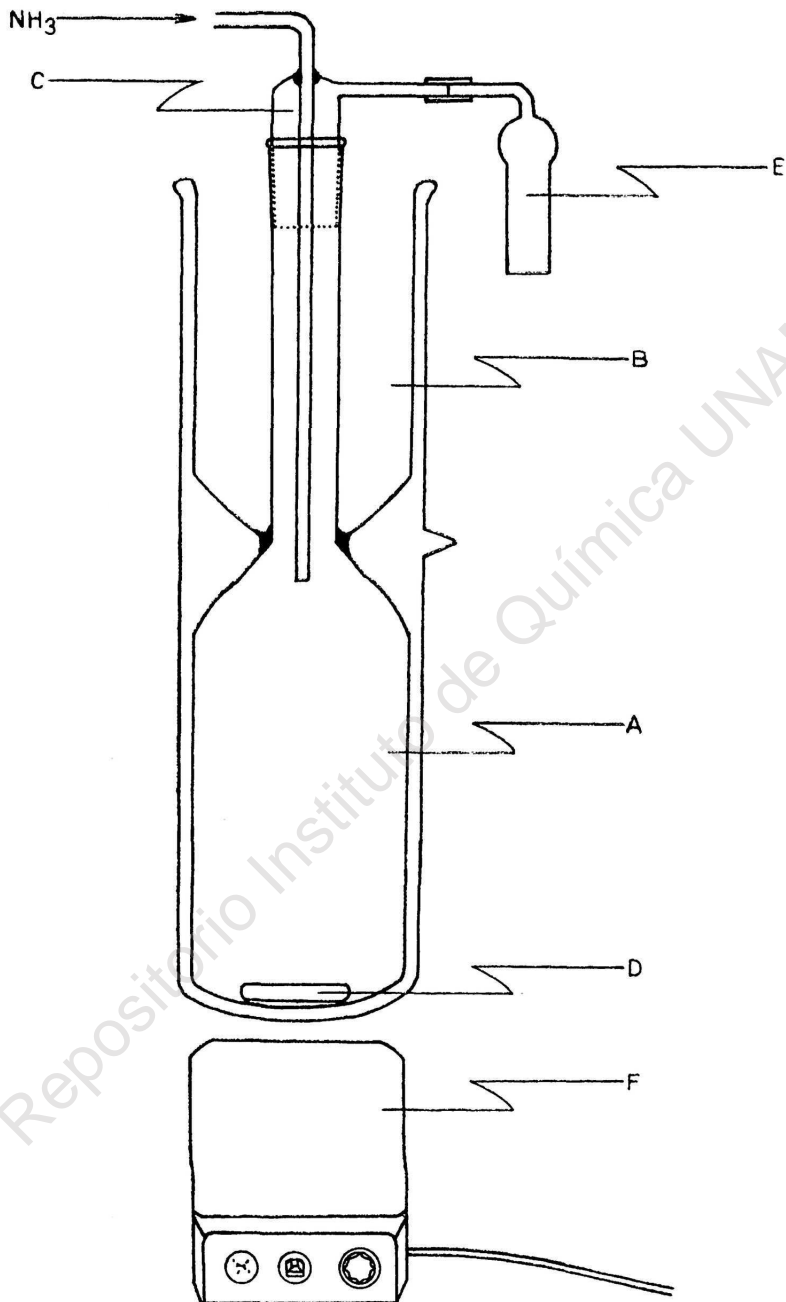


Fig.—I. El matraz A está graduado internamente en 50-100-200 etc. hasta 800 ml. El condensador B tiene una capacidad de 700 ml. La chaqueta evacuada no está plateada, para poder observar el curso de la reacción. Una vez que se colectó el gas necesario, el adaptador C se puede sustituir por una trampa para humedad. D, barra magnética. E, tubo de CaCl_2 . F, Agitador magnético.

ta que se evapore el CO_2 y luego el amoníaco o metil amina, o si se desea proceder más rápidamente, se puede quitar la mezcla frigorífica y pasando una corriente de N_2 o aire a través del adaptador C, se puede eliminar el disolvente. El método para destruir el exceso de metal, es el comunmente usado. Las ventajas que tiene este nuevo aparato sobre el diseñado anteriormente (I), son las siguientes:

- a) No se forma escarcha en ningún lado del aparato.
- b) La adición del metal se hace fácilmente, por el tubo central, sin que ocurran escapes de amoníaco y con el mínimo de exposición a la humedad atmosférica.

SUMMARY

An apparatus has recently been described as an improvement in the known procedures for effecting reductions with Na, K, Ca or Li in liquid ammoniacal media (I). Since then certain design changes have been instituted which increase the ease and facility with which such reduction reactions may be carried out. These changes are discussed in detail and illustrated by means of an appropriate sketch and photograph.