

**PRÁCTICA 3**  
**REACCIÓN DE ALQUILACIÓN**  
**ALQUILACIÓN DE FRIEDEL Y CRAFTS**  
**OBTENCIÓN DE p-TERBUTILFENOL**

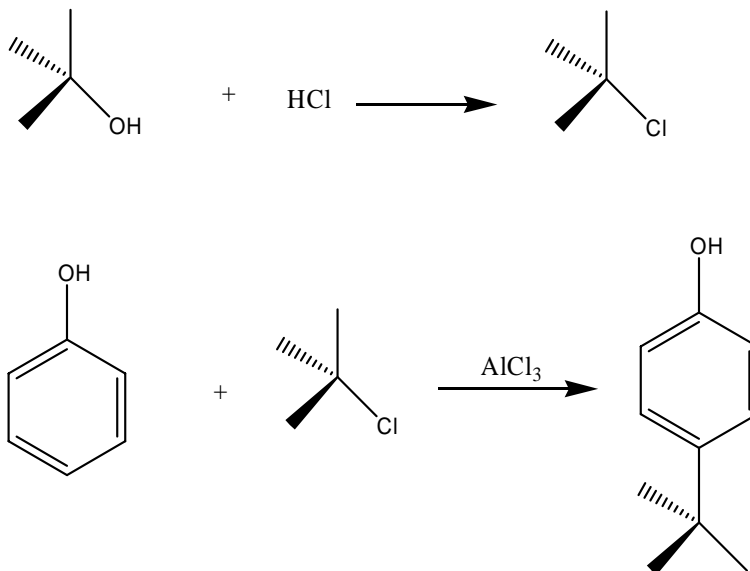
↪ **OBJETIVOS.**

- ✓ Efectuar una reacción de alquilación de Friedel y Crafts, preparando el derivado halogenado necesario para la reacción.
- ✓ Obtención de p-terbutilfenol mediante la alquilación de Friedel y Crafts.

↪ **GUÍA DE ESTUDIO.**

- 1) El alumno deberá conocer las condiciones de la reacción.
- 2) Efecto de los sustituyentes sobre el anillo aromático.
- 3) Mecanismo de la reacción.
- 4) Limitaciones de las reacciones de alquilación.
- 5) Análisis de la técnica.
- 6) Propiedades químicas, físicas y toxicológicas de los reactivos y productos.

↪ **REACCIÓN.**



## ☞ MATERIAL.

1 Embudo de separación con tapón esmerilado	2 Pinzas de tres dedos con nuez
1 Trampa de humedad con tapón de hule	1 Espátula
2 Matraces Erlenmeyer de 250 ml	1 Agitador de vidrio
1 Tubo doblado en "U"	1 Vaso de precipitado de 250 ml
2 Tapones monohoradados del No. 6	1 Matraz Kitazato de 250 ml con manguera
1 Probeta graduada de 25 ml	1 Embudo Buchner con adaptador de hule
1 Manguera para conexión	1 Vidrio de reloj
1 Embudo de filtración rápida	1 Parrilla con agitación
1 Recipiente para baño María	1 Barra de agitación magnética
1 Recipiente de peltre	2 Matraces Erlenmeyer de 125 ml

## ☞ SUSTANCIAS.

	Cantidad
Terbutanol	12 ml
Éter etílico	10 ml
Ácido clorhídrico concentrado	50 ml
Metanol	15 ml
Cloruro de calcio anhidro	10.0 g
Hidróxido de sodio	10.0 g
Sulfato de sodio anhidro	30 g
Fenol	2.3 g
Cloruro de aluminio anhidro	0.25 g
Éter de petróleo	20 ml

## ☞ INFORMACIÓN.

La reacción de Friedel y Crafts es el método más importante para unir cadenas laterales alquílicas con anillos aromáticos. Esta consiste en poner a reaccionar un compuesto aromático, generalmente un derivado de benceno, y un halogenuro de alquilo, en presencia de un catalizador usualmente cloruro de aluminio, aunque se puede utilizar una serie de ácidos de Lewis particularmente:  $\text{BF}_3$ , HF y ácido polifosfórico.

La reacción se lleva a cabo por la simple mezcla de los tres componentes. Los problemas que surgen se relacionan con la necesidad de moderar la reacción por refrigeración y atrapar el halogenuro de ácido gaseoso. Además que se presentan otros problemas como son: la transposición del halogenuro de alquilo, dando lugar a mezcla de productos. Así también existe el problema de la polisustitución del producto final

## ☞ PROCEDIMIENTO.

a) Preparación de cloruro de terbutilo.

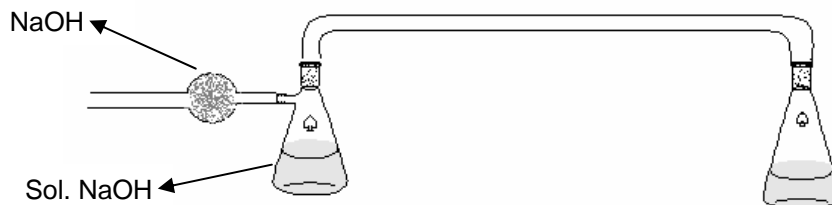
En un matraz Erlenmeyer de 125 ml, mezcle 12 ml de terbutanol con 36 ml de ácido clorhídrico concentrado (1), agregue 4 g de cloruro de calcio y agite durante 20 minutos.

Transfiera a un embudo de separación y deje reposar hasta que la reacción se separe en dos fases. Separe la fase acuosa y lave el cloruro de terbutilo 2 veces con 5 ml de agua cada vez.

Transfiera el cloruro de terbutilo a un matraz y seque con cloruro de calcio anhidro (2), decante el producto a una probeta seca y calcule el rendimiento.

b) Obtención de p-terbutilfenol.

Monte un aparato como el que se muestra a continuación:



En el matraz Erlenmeyer de 125 ml (seco) mezcle 2.3 g de fenol con 3.3 ml de cloruro de terbutilo y agite hasta la disolución del fenol. Sumerja el matraz en un baño de hielo y agregue en pequeñas porciones 0.25 g de cloruro de aluminio anhidro (3,4).

Agite el matraz, para iniciar la reacción se calienta en un baño de agua (40-45 °C), observándose un desprendimiento de HCl gaseoso; iniciada la reacción se controla enfriando, cuidando de que ésta sea moderada, se completa cuando solidifica y cesa la formación de HCl, esto sucede en 30 minutos.

Después, el sólido formado se le agregan 25 ml de agua fría y se pulveriza. Filtre al vacío y seque durante 5 minutos, transfiera a un vaso de precipitados y recristalice de éter de petróleo. Determine el punto de fusión y calcule el rendimiento.

**NOTAS:**

- (1) Agregue el ácido clorhídrico despacio y con precaución.
- (2) Es conveniente mantener el cloruro de terbutilo en el vaso con cloruro de calcio hasta el momento en que se utiliza en la siguiente reacción.
- (3) Las adiciones de cloruro de aluminio se deberán efectuar con precaución para evitar que la reacción sea violenta. Tenga a la mano un baño de hielo.
- (4) Después de agregar el cloruro de aluminio se deben lavar las manos con abundante agua, pues en la presencia de la reacción se desprenden vapores de ácido clorhídrico.

☞ **CUESTIONARIO.**

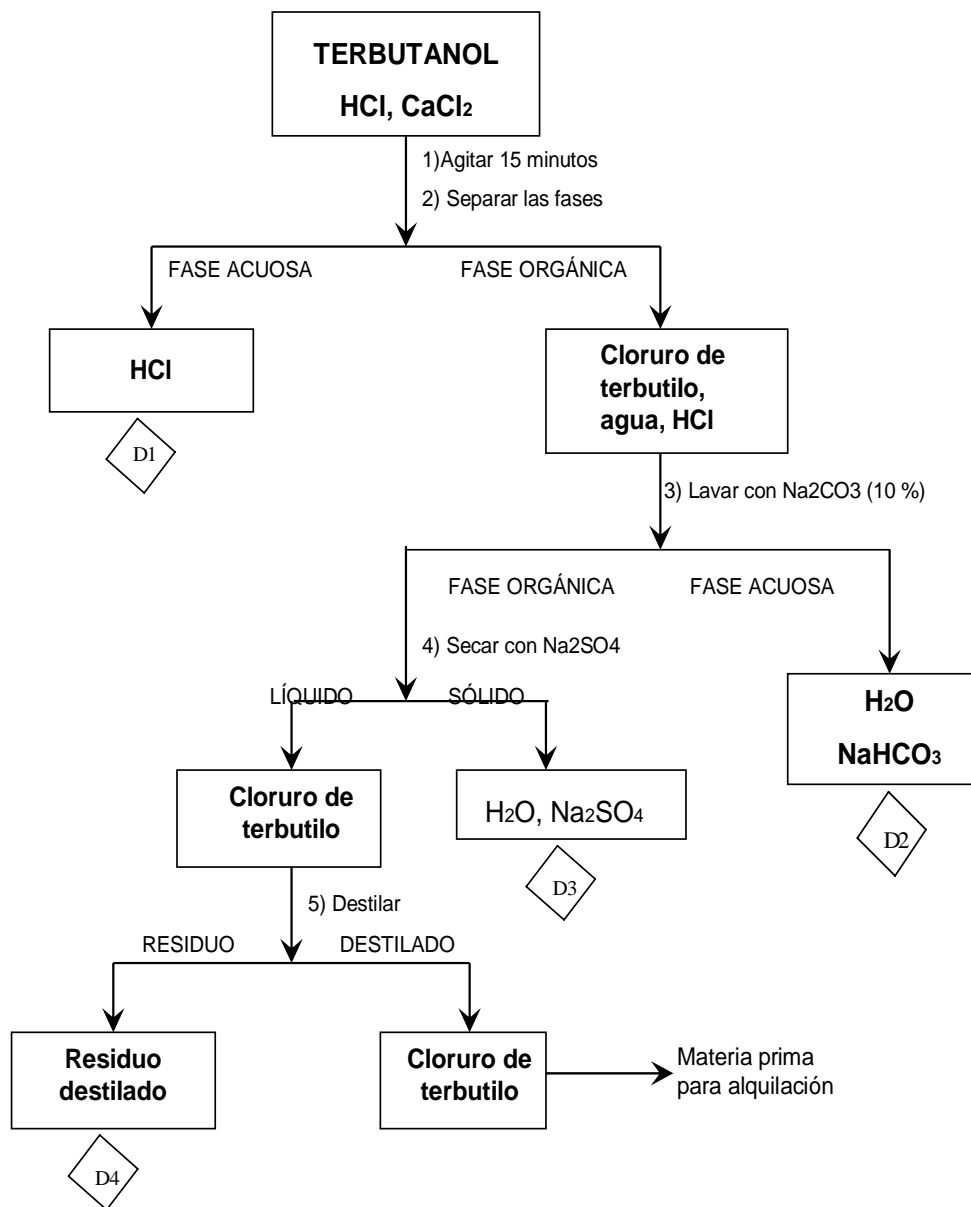
1. ¿Por qué se obtiene preferentemente el isómero para y muy poco del isómero orto (o-terbutilfenol)?
2. ¿Por qué deben mantenerse condiciones anhidras?
3. ¿Por qué se obtiene sólo un producto?

4. ¿Cómo trata los residuos del filtrado?
5. ¿Cómo elimina las trazas de fenol?

#### **BIBLIOGRAFÍA.**

- Moore, A. J. y Dalrymple, L. D., *Experimental Methods in Organic Chemistry*, 2a. ed., W. B. Saunders, EU, 1976, pp. 183-187.
- *The Merck Index*, 10a. ed., Editor Strecher P. PGP, Merck, EU.
- T. L., Jacobs, Trucer, W. E., y Robertson, G. R., *Laboratory Practice of Organic Chemistry*, 5a. ed.

## OBTENCIÓN DE CLORURO DE TERBUTILO

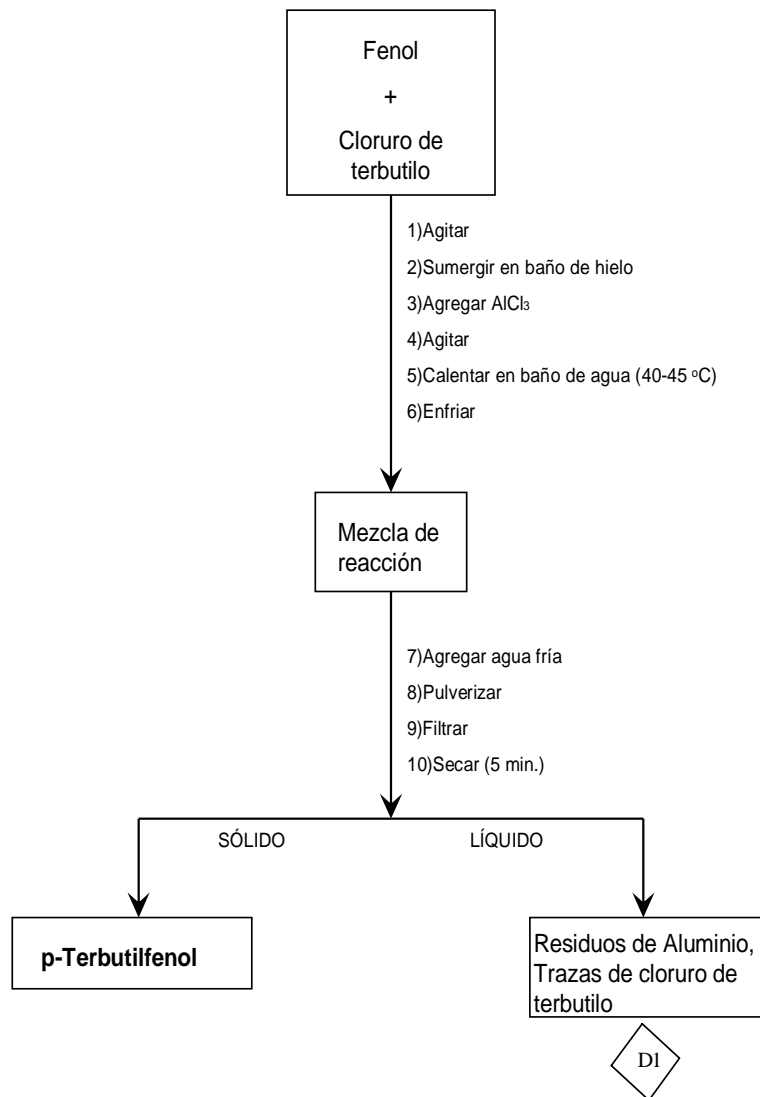


D1,D3: Checar pH, neutralizar y desechar por el drenaje

D2: Si contiene terbutanol, destilar agua y mandar a incineración el residuo.

D4: Mandar a incineración

# ALQUILACIÓN DE FRIEDEL Y CRAFTS OBTENCIÓN DE PARATERBUTILFENOL



D1: La solución puede precipitar como sulfuro ajustando su pH a 7 hasta completar la precipitación. Filtrar el precipitado y desechar por el drenaje.