

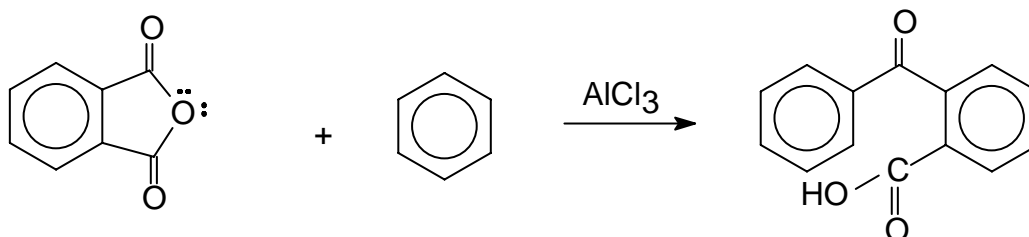
PRACTICA I

REACCION DE ACILACION DE FRIEDEL Y CRAFTS OBTENCION DEL ACIDO o-BENZOILBENZOICO

I. OBJETIVOS

- Efectuar una reacción de acilación de Friedel y Crafts, usando como agente acilante un anhídrido de ácido.
- Obtener un compuesto intermediario para la obtención de una quinona.

REACCION



II. MATERIAL

Matraz pera de 2 bocas	1	Tapón de corcho p/tubo de ensayo	2
Tapón esmerilado	2	Pinzas de 3 dedos con nuez	1
Refrigerante/agua c/mangueras	1	Recipiente de peltre	1
T de vacío	1	Espátula	1
Tela de alambre con asbesto	1	Vaso de pp. 250 ml	2
Probeta de 25 ml	1	Agitador de vidrio	1
Matraz Erlenmeyer 250 ml	1	Matraz Kitasato con manguera	1
Baño de agua eléctrico	1	Buchner con alargadera	1
Mechero con manguera	1	Embudo de vidrio, tallo corto,	1
Vidrio de reloj	1	Tubo de hule refrigerante	1
Tubo de vidrio de 10 cm de longitud	1	Tapón de corcho monohoradado para matraz Erlenmeyer de 250 ml	1
		Tubo de CaCl ₂	1

III. SUSTANCIAS

Anhídrido ftálico	2.5 g	Cloruro de aluminio anhidro	5 g
-------------------	-------	-----------------------------	-----

Carbonato de sodio	3 g	Sodio metálico	1 g
Benceno anhidro	10 ml	Ac. clorhídrico conc.	20 ml
Celita	3 g	Carbón activado	4 g
		Papel pH	

IV. INFORMACION

- a) Cuando un compuesto aromático se hace reaccionar con un cloruro de un ácido carboxílico, en presencia de un ácido de Lewis, se logra sustituir un protón del anillo aromático por un grupo acilio.
- b) El ión acilio es muy estable y es un buen reactivo electrofílico.
- c) Los anhídridos carboxílicos presentan otra alternativa para efectuar reacciones de acilación de Friedel y Crafts.
- d) Estas reacciones son muy útiles para sintetizar cetonas aromáticas y cetonas alifático-aromáticas.

V. PROCEDIMIENTO

En un matraz pera de dos bocas, adapte en una boca un tapón esmerilado y en la otra el refrigerante de agua en posición vertical (1).

Conecte en seguida un tubo de cloruro de calcio unido a un tubo de desprendimiento, el cuál se deberá introducir a un kitasato, que contenga solución de lejía.

El aparato deberá quedar como muestra la fig. No. 1 (2). Una vez montado el aparato, coloque en el matraz de pera 2.5 g de anhídrido ftálico puro y agregue 10 ml de benceno anhidro (3).

Enfríe la mezcla de reacción en un baño de hielo-agua y agregue 5 g de cloruro de aluminio (4).

Retire el matraz del baño de hielo y agite manualmente, si la reacción no se inicia caliente ligeramente en baño de agua tibia, si está es demasiado violenta enfríe en baño de hielo-agua.

Cuando vea que la reacción es moderada caliente a reflujo en baño de agua, agitando de vez en vez, hasta que el desprendimiento de HCl haya concluido (aproximadamente 30 a 45 minutos) (4).

Vierta la mezcla de reacción en un vaso que contenga 40 g de hielo, agitando vigorosamente y agregue 7 ml de HCl concentrado y 10 ml de etanol.

Agite durante 10 minutos y deje reposar en baño de hielo induciendo la cristalización del ácido o-benzoilbenzónico. Filtre y lave 3 veces con 10 ml de agua cada vez.

Disuelva el producto obtenido en 10 ml de carbonato de sodio al

5%, caliente a ebullición durante 5 minutos y filtre el sólido que quedó sin disolver (5).

Coloque el filtrado en un vaso limpio, enfríe con hielo y agregue cuidadosamente HCl concentrado hasta pH=2 (6). Induzca la cristalización del ácido o-benzoilbenzónico. Filtre y deje secar. tome punto de fusión y calcule rendimiento.

NOTAS.

- 1) Antes de montar el aparato se deberá tener cuidado de secar perfectamente las piezas necesarias, pues se requieren condiciones anhidas para efectuar esta reacción.
- 2) El tubo de desprendimiento no deberá quedar sumergido en la solución, sólo cerca de la superficie.
- 3) Tanto el benceno como el AlCl_3 deberán ser anhidros.
- 4) Si se hubiera evaporado parte de benceno, o si ha entrado humedad a la reacción se observará la formación de una masa semisólida de color amarillento, pero se deberá continuar trabajando como se indica en el procedimiento.
- 5) Se puede decolorar con carbón activado, de ser necesario.
- 6) Precaución, se desprende CO_2 .

VI. ANTECEDENTES

- a) Reacciones de acilación de Friedel-Crafts.
- b) Mecanismo de la reacción.
- c) Diferentes tipos de catalizadores empleados en esta reacción.
- d) Utilidad de la reacción.
- e) Condiciones adecuadas para planificar una síntesis por acilación de Friedel-Crafts.
- f) Limitaciones de la reacción de Friedel-Crafts.

VII. CUESTIONARIO

- a) Diga porqué debe tener cuidado de que el material se encuentre seco antes de montar el aparato.

- b) ¿Qué sucede si el tubo de desprendimiento queda sumergido en la solución alcalina?
- c) ¿Para qué usa una solución alcalina en el matraz unido al tubo de desprendimiento?
- d) ¿Para qué y porqué se disuelve el producto en Na_2CO_3 ? ¿Qué es lo que no se disuelve?
- e) Diagrama de purificación del producto obtenido.
- f) ¿Cómo descarta en el drenaje los efluentes líquidos obtenidos en esta reacción?
- g) ¿Cuál es la toxicidad del producto obtenido?
- h) ¿Qué utilidad tiene el ácido o-benzoilbenzónico?

VIII. BIBLIOGRAFIA

- 1) Vogel A. I.
Text book of Practical Organic Chemistry
3^a. Ed. Ed. Longmans Londres (1962) pp. 725-27 y 739.
- 2) Morrison R. T. y Boyd R. N.
Química Orgánica
3^a. Ed.
Fondo Educativo Interamericano S.A.
México (1976) pag. 1010, 1015-1017.
- 3) Hazzard B. J. (Traducción)
Organicum. Practical handbook of Organic Chemistry
1^a. Ed. Addison-Wesley Pub. Co. Inc.
U.S.A. (1973) p. 332-334.
- 4) March, J.
Advanced Organic Chemistry
3rd. Ed. pags. 484-487 y 496-497.
Ed. Wiley Interscience, N.Y. 1985.

ACILACION DE FRIEDEL Y CRAFTS

OBTENCION DEL ACIDO O-BENZOIL BENZOICO

D1: Desechos de trampa: Filtrar los sólidos (CaO) y desecharlos. La solución se neutraliza, se filtra, los sólidos se desechan. La solución se desecha por el drenaje.

D2: Úsese para neutralizar algún residuo alcalino o neutralícese y deséchese por el drenaje. La cantidad de etanol es baja (1:6 con respecto al agua), no es costeable su recuperación.

D3: Solución de NaCl, deséchese por el drenaje.

Precauciones: Anhídrido Ftálico. LD₅₀=4020 mg/kg.

Irritante peligroso si se inhala o absorbe por la piel en grandes cantidades.

Acido o-benzoilbenzoico.

Irritante por ingestión o absorción de la piel.

Disposición: (ambos)

Llévelo directamente a incineración o disuelva en un solvente flamable en un horno adecuado.