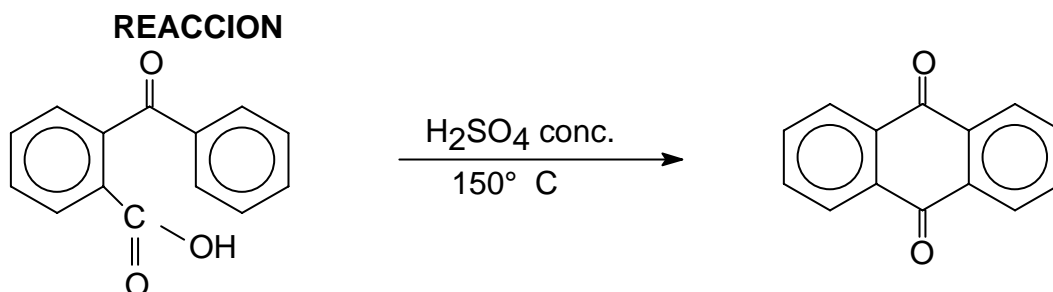


## PRACTICA II

# PREPARACION DE ANTRAQUINONA A PARTIR DE ACIDO o-BENZOILBENZOICO

### I. OBJETIVOS

- Que el alumno obtenga un compuesto cíclico a partir de un ácido fenil sustituido por una reacción de acilación intramolecular.
- Que el alumno obtenga un compuesto, el que posteriormente se usará como materia prima de otro experimento.



### II. MATERIAL

Matraz pera de una boca	1	Anillo metálico	1
Pipeta de 10 ml	1	Tela de alambre con asbesto	1
Trampa p/cloruro de calcio	1	Pinza de 3 dedos con nuez	1
Mechero con manguera	1	Vaso de pp. 250 ml	2
Buchner con alargadera	1	Recipiente de peltre	1
Matraz Erlenmeyer 125 ml	2	Matraz Kitasato con manguera	1
Termómetro	1	Portatermómetro	1

### III. SUSTANCIAS

Ac. o-benzoilbenzónico	1.0 g	Ac. sulfúrico concentrado	6.0 ml
Cloruro de calcio anhidro	5 g	Solución de NH <sub>4</sub> OH al 10%	10 ml
Acido acético glacial	50 ml	Etanol	5 ml

### IV. INFORMACION

- Los ácidos carboxílicos fenil sustituidos sufren reacciones intramoleculares de Friedel-Crafts.
- Estas reacciones se pueden efectuar usando los cloruros del

ácido carboxílico en presencia de  $\text{AlCl}_3$  o bien usando el ácido carboxílico con  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , con ácido polifosfórico o con HF líquido.

- c) El ácido sulfúrico produce buenos rendimientos de antraquinona, cuando se le hace reaccionar con el ácido o-benzoilbenzónico.

## **V. PROCEDIMIENTO**

Con base en los cuadros anexos, elija las condiciones que considere apropiadas para la realización de su experimento, y justifique en su informe el porqué de su elección.

En un matraz pera de dos bocas, coloque el ácido o-benzoilbenzónico. Agregue lentamente y con agitación el  $\text{H}_2\text{SO}_4$  concentrado. Adapte a la boca del matraz una trampa de  $\text{CaCl}_2$  anhidro y caliente, agitando de forma esporádica. Pasado el tiempo de reacción, se deja que la mezcla alcance  $90^\circ\text{C}$  y se le adicionan lentamente, gota a gota y con precaución, 5 ml de agua (1), agitando (2). Posteriormente, se vierte ésta sobre 50 g de hielo, y para ayudar a bajar del matraz pera al producto residual, se adicionan 3 porciones de 15 ml de agua helada cada una. Se lleva a un volumen final de 100 ml, adicionando la cantidad de agua necesaria para ello, y se deja reposar sobre hielo 5 minutos. Filtre al vacío el sólido obtenido y lave dos veces con agua, en seguida con 10 ml de solución de  $\text{NH}_4\text{OH}$  al 10% (3) y finalmente lleve hasta pH neutro lavado cuántas veces sea necesario, con agua. La antraquinona cruda se recristaliza de ácido acético glacial (4)

Cantidades de reactivos, temperatura y tiempos elegidos por usted.

## **NOTAS**

- (1) ¡PRECAUCION!, Considere que está añadiendo agua a una mezcla de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  caliente.
- (2) Se forma una pasta, por lo que deberá al agitar debe cuidar que la mezcla remanente en el fondo del matraz también entre en contacto con el agua.
- (3) Verifique que el pH del filtrado sea alcalino.
- (4) Para recristalizar 500 mg de antraquinona se requieren aproximadamente 20-25 ml de ácido acético glacial. Caliente en la campana.

## **VI. ANTECEDENTES**

- a) Reacciones de Friedel-Crafts.
- b) Mecanismo de la reacción.
- c) Limitaciones de la reacción.
- d) Utilidad de la reacción.
- e) Catalizadores utilizados en esta reacción.

### EXPERIMENTOS REALIZADOS

**SERIE A:**                    1) 3 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 150°C

Tiempo	Promedio Crudo	Cant. real **	Promedio Recristalizado
1) 5'	86.5	(84.3)	74
2) 10'	86	(71)	60
3) 15'	86	(72.8)	70
4) 30'	90	(82.1)	68
5) 45'	94	(86.1)	80
6) 60'	87	(74.9)	82.5
7) 90'	89	(79.7)	80

2) 3 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 100°C

Tiempo	Promedio Crudo	Cant. real **	Promedio Recristalizado
1) 30'	78.5	(70.1)	29
2) 60'	75.5	(70.7)	72
3) 90'	82	(75)	78
4) 120'	87	(79)	41

3) 3 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> B.M.

Tiempo	Promedio Crudo	Cant. real **	Promedio Recristalizado
1) 30'	46	(29.1)	36
2) 60'	71	(61.3)	36
3) 90'	79	(78.8)	41
4) 120'	86.5	(78.9)	62

4) 3 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

Tiempo - Temperatura	Promedio Crudo **	Promedio Recristalizado
----------------------	-------------------	-------------------------

1) 5'-150°C/25'-100°C	86	(82.9)	84
2) 10'-150°C/20'-100°C	88.5	(78.8)	70
3) 15'-150°C/15'-100°C	88	(76.9)	68

**SERIE B:**

1) 5 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 150°C

Tiempo	Promedio Crudo	Cant. real	Promedio Recristalizado
1) 5'	83.5	(82.7)	80
2) 10'	90	(77.6)	72
3) 15'	91	(80.7)	84
4) 30'	90.5	(83.1)	74
5) 45'	93	(80.4)	79.7
6) 60'	88	(82.5)	83
7) 90'	86.5	(75.8)	72

2) 5 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> B.M.

Tiempo	Promedio Crudo	Cant. real	Promedio Recristalizado
1) 30'	52.5	(47.1)	53
2) 60'	59	(51.4)	58
3) 90'	67	(57.8)	58
4) 120'	70.5	(60.1)	69

3) 5 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 150°C

Tiempo	Promedio Crudo	Cant. real	Promedio Recristalizado
1) 30'	80	(74.6)	36
2) 60'	77.5	(70.2)	53
3) 90'	84	(73.8)	66
4) 120'	88	(76.1)	65.5

4) 5 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

Tiempo-Temperatura	Promedio Crudo	**	Promedio Recristalizado
1) 5'-150°C/25'-100°C	86.5	(74.6)	62
2) 10'-150°C/20'-100°C	84.5	(76.6)	76
3) 15'-150°C/15'-100°C	82.5	(73.3)	76

\*\* Contenido real de antraquinona determinado por H.P.L.C.

## **VII. CUESTIONARIO**

- a) ¿Porqué en este caso, si se efectúa la reacción de Friedel-Crafts, aunque unido al anillo aromático se tiene un grupo cetónico?
- b) ¿Cómo actúa el  $H_2SO_4$  en la reacción?
- c) ¿Qué pasaría si no se usa la trampa de  $CaCl_2$ ?
- d) ¿Qué utilidad industrial tiene la antraquinona?
- e) ¿Cómo puede descartar los efluentes líquidos de la reacción en el drenaje?

## **VIII. BIBLIOGRAFIA**

- 1) Vogel, A.I.  
Practical Organic Chemistry  
3<sup>a</sup>. Ed. Longmans Londres (1962) p. 728-740.
- 2) Streitwieser A. & Heathcock C. H.  
Introduction to Organic Chemistry  
Collier-Mac Millan Int. Ed. U.S.A. Londres (1976) p.932-934
- 3) Morrison R. T. y Boyd R. N.  
Química Orgánica  
2<sup>a</sup>. Ed. en Español  
Fondo Educativo Interamericano. México (1985) p. 1250-1251.
- 4) March, J.  
Advanced Organic Chemistry  
3<sup>rd</sup>. Ed. pags. 484-487 y 496-497  
Ed. Wiley Interscience, N. Y. 1985.

## **OBTENCION DE ANTRAQUINONA**

**D1:** Úsese para neutralizar desechos alcalinos o neutralícese y deséchese por el drenaje.