



Esperienza #9: Sintesi del 4,4'-di-*tert*-butilbifenile

Scopo dell'esperienza

- Sintetizzare il 4,4'-di-*tert*-butilbifenile secondo la reazione riportata.

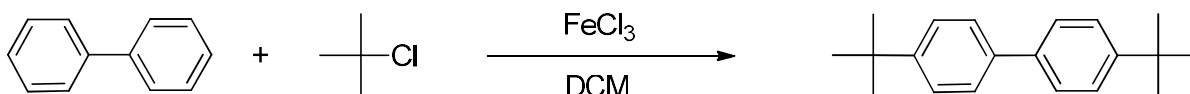
Minime note di sicurezza:

Indossare sempre gli occhiali/la visiera, camice e i guanti. Prima di iniziare l'esperienza, visionare con attenzione le schede di sicurezza ed annotare nel quaderno di laboratorio le frasi H e P relative alle sostanze che verranno usate. Si ricorda di maneggiare i solventi sempre sotto cappa e di tenere le cappe accese (interruttore grigio, si sente il rumore della ventola) con i saliscendi laterali sempre abbassati. Il saliscendi frontale va tenuto quanto più possibile abbassato (tipicamente, mentre si lavora l'altezza corretta è sopra il livello dei gomiti, così da lavorare comodamente in piedi). Si ricorda di coprire i recipienti nei tragitti tra le cappe dei solventi e la propria cappa. Disporre i solventi esausti negli appositi recipienti, prima sotto cappa e poi nei bidoni di recupero.

Minima introduzione

L'introduzione di un gruppo alchilico su un anello aromatico può essere effettuata attraverso una particolare reazione di sostituzione elettrofila aromatica: la reazione di alchilazione di Friedel-Crafts. Questa reazione viene effettuata facendo reagire il composto aromatico con un alogenuro alchilico in presenza di un acido di Lewis (es: FeCl_3 o AlCl_3), il quale agisce da catalizzatore favorendo la dissociazione dell'alogenuro alchilico e quindi la formazione del corrispondente carbocatione.

Procedura:



Il cloruro di ferro (III) anidro (80 mg) viene aggiunto in piccole porzioni (almeno in tre volte) ad una soluzione di cloruro di *tert*-butile (36 mmol, MM = 93 mg/mmol, d = 0.85 g/mL) e bifenile (12 mmol, MM = 154 mg/mmol) in 10 mL di diclorometano in una beuta da 100 mL. Si sviluppa immediatamente un gas (**1**). Cercare di capire che gas si sta sviluppando effettuando un test con una cartina tornasole inumidita con un poco di acqua distillata. Quale gas si sviluppa e perché? La miscela di reazione viene agitata per 20 minuti a temperatura ambiente. Scrivere il meccanismo della reazione nel quaderno. La miscela di reazione viene quindi trasferita in un imbuto separatore e quindi lavata con tre porzioni da 10 mL di HCl 10%. La fase che organica viene seccata su Na_2SO_4 anidro ed il solvente rimosso mediante evaporazione a pressione ridotta. Il grezzo viene purificato per cristallizzazione da alcool etilico 96%. A questo proposito si scioglie il solido in 5 mL di alcool etilico. Successivamente il pallone viene collegato a un condensatore a bolle e la miscela viene riscaldata a 100°C. Successivamente, vengono aggiunti (lentamente) dalla testa del condensatore alcuni mL (2-5 mL) di alcool etilico fino alla completa solubilizzazione del solido. A questo punto si lascia cristallizzare il solido portando il pallone a temperatura ambiente. Il solido viene quindi filtrato mediante filtrazione sotto vuoto su filtro Büchner. Calcolare la resa di reazione e analizzare il prodotto mediante spettroscopia IR ed ^1H NMR e punto di fusione. Interpretare gli Spettri IR ed NMR.