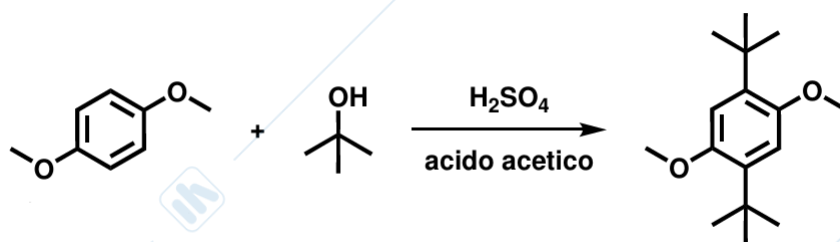


## Alchilazione secondo Friedel-Crafts

### Obbiettivo:

Realizzare la sintesi di un composto alchilato tramite una reazione di alchilazione di Friedel-Crafts, a partire dall'1,4-dimetossibenzene ed ter-butanolo in presenza di acido solforico come catalizzatore.

### Schema di reazione:



### Solventi e composti utilizzati:

sostanza	Peso (g)	Moli (mmol)	Peso molecolare (g/mol)
<b>1,4dimetossibenzene</b>	2	14,5	138,16
<b>Tert-butanolo</b>	2,73	36,8	74,12
<b>Acido solforico</b>	18,39	187,5	98,078

**Solventi:** acido acetico puro (10 ml) e il Tert-Butanolo.

### Procedura sperimentale e osservazioni:

- 1) Pesare 2 g di 1,4-dimetossibenzene ed introdurli in un pallone da 3 colli assieme ad 10 ml di acido acetico puro.
- 2) Prelevare 3.5 ml di  $^t\text{BuOH}$  ed aggiungerli alla soluzione.
- 3) Preparare un cristallizzatore con all'interno acqua e ghiaccio e raffreddare la soluzione.
- 4) Prelevare 10 ml di acido solforico concentrato tramite una buretta graduata.

- 5) Versare lentamente l'acido solforico concentrato nella soluzione all'interno del pallone in 40 minuti.



**Foto 1.**

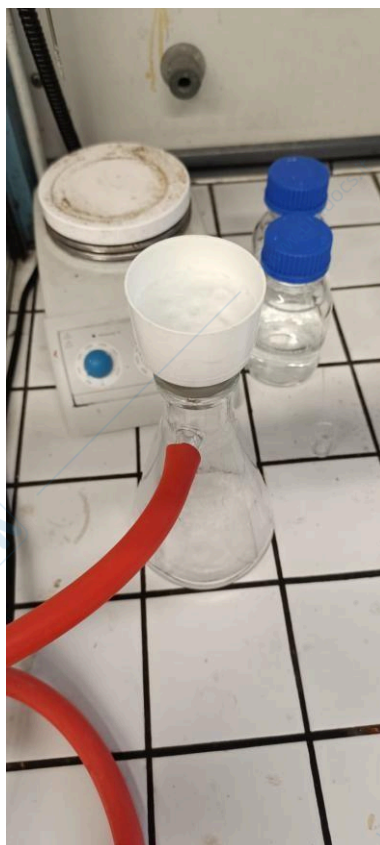
**Osservazione 1:**

- Prima dell'aggiunta: si nota la formazione di una massa ghiacciata.
  - Durante l'aggiunta: la massa ghiacciata si dissolve gradualmente.
- 6) Porre un ancoretta magnetica nella soluzione e posizionare la stessa sopra una piastra riscaldante ed agitante e agitare vigorosamente per 20 minuti.
  - 7) Preparare una lastrina TLC per la semina di due campioni: il prodotto di reazione in acetato di etile e 1,4-dimetossibenzene in acetato di etile.
  - 8) Prelevare una piccola aliquota di prodotto di reazione tramite una pipetta graduata ed eluire con acetato di etile.
  - 9) Effettuare la semina sulla lastrina TLC della soluzione estratta dal pallone di reazione in acetato di etile a confronto con 1,4-dimetossibenzene in acetato di etile.
  - 10) Eluire la lastrina TLC in fase mobile con acetato d'etile/n-eptano in rapporto 2:8 ed osservare le macchie a fine eluizione sotto luce UV.

**Osservazione 2:**

la lastrina TLC mostra minime tracce di 1,4-dimetossibenzene nella miscela di reazione rispetto allo standard di riferimento e la comparsa del prodotto, pertanto si procede con i successivi passaggi.

- 11) Prelevare 60 ml di acqua tramite cilindro graduato, successivamente, aggiungere alla miscela.
- 12) Preparare un filtro Büchner ed utilizzarlo per filtrare il precipitato ottenuto, lavando il filtro con acqua.



**Foto 2.**

- 13) Porre il precipitato in stufa per asciugarlo.
- 14) Verificare il punto di fusione e la resa del prodotto.

**Osservazione 3:** si osserva un valore del punto di fusione compreso tra 98.5-101°C, leggermente inferiore al valore standard tabulato per l'1,4-di-terz-butil-2,5dimetossibenzene, per la presenza di impurezze residue.

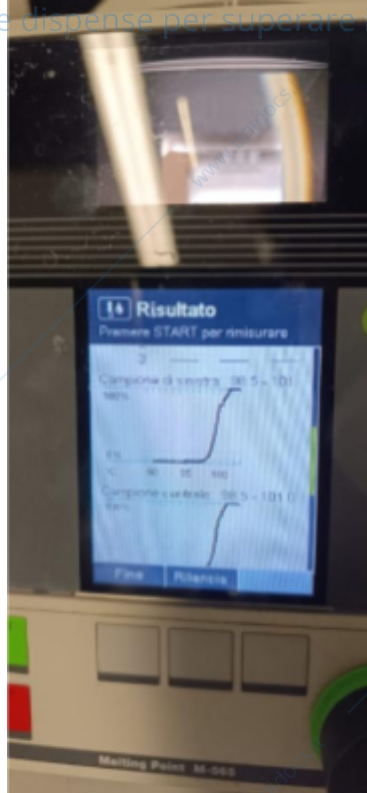


Foto 3.

## Conclusione e calcoli:

### Risultati:

m navicella = 1,78g                      m tot dry = 3,89g    m

1,4-di-terz-butil-2,5-dimetossibenzene dry = 2,11g

- Moli reagente limitante: (1,4-dimetossibenzene)

$$\text{Moli}_{(1,4\text{-dimetossibenzene})} = m/MM = 2,00 \text{ g} / 136,18 \text{ g/mol} = 14,5 \text{ mmol} -$$

Massa teorica del prodotto:

$$m \text{ teorica}_{(1,4\text{-di-terz-butil-2,5-dimetossibenzene})} = n * MM = 0,0145 \text{ mol} * 250 \text{ g/mol} = 3,63 \text{ g}$$

$$\text{RESA} (\%) = (\text{massa reale} / \text{massa teorica}) * 100 = (2,11\text{g} / 3,63\text{g}) * 100 = 58,1\%$$

### Conclusione

La sintesi del 1,4-dimetossibenzene ad 1,4-di-terz-butil-2,5-dimetossibenzene è avvenuta con successo ed il monitoraggio della conversione dei reagenti nel prodotto tramite TLC ha evidenziato una corretta conversione dei reagenti nei prodotti.

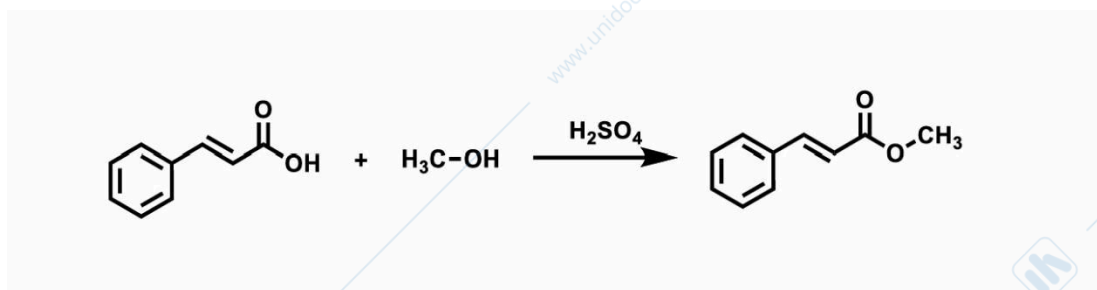
Inoltre, il punto di fusione ottenuto risulta coerente con quello atteso, con una leggera deviazione del valore tabulato, dovuta alla possibile presenza di impurezze.

## Esterificazione di Fisher.

### Obiettivo:

Effettuare la sintesi di un estere, ovvero il Cinnamato di metile, attraverso l'esterificazione di Fischer a partire da un acido carbossilico ed un alcool in presenza di un catalizzatore acido (Acido solforico).

### Schema di reazione:



### Solventi e composti:

Sostanza	Quantità (g)	Moli (mmol)	Peso Molecolare (g/mol)
Acido cinnamico	0.75 g	5,0	148,17
Metanolo	19,75g	610	32,04
Acido solforico	1,83	18	98,08

**Solventi:** Metanolo (che rientra nella reazione).

### Procedura sperimentale ed osservazioni:

- 1) Pesare 0.75 g di acido cinnamico ed introdurli in un pallone da 1 collo da 100ml assieme a 25 ml di metanolo.
- 2) Introdurre un ancoretta magnetica nella soluzione ed aggiungere, sotto agitazione, 1 ml di acido solforico concentrato.

**Osservazione 1:** durante l'aggiunta dell'acido solforico si ha una soluzione di colore tendente al giallo, mentre alla fine dell'aggiunta la soluzione risulta limpida.

- 3) Montare la piastra riscaldante ed agitante assieme al ricadere, ed installare il pallone da 1 collo con appositi supporti e bagno di acqua, prestando attenzione alla pressione dell'acqua applicata al ricadere.
- 4) Riscaldare la soluzione a bagnomaria a riflusso per un'ora.



Foto 1.

- 5) Preparare una lastrina TLC per la semina di due campioni: una piccola quantità di prodotto di reazione e una piccola quantità di acido cinnamico in acetato di etile.
- 6) prelevare dal pallone di reazione una piccola aliquota di prodotto di reazione ed estrarre una piccola quantità di acido cinnamico ed eluirlo in acetato di etile.
- 7) Effettuare la semina sulla lastrina TLC della miscela di reazione prelevata ed acido cinnamico in acetato di etile a confronto.
- 8) Eluire la lastrina TLC in un apposito contenitore utilizzando come eluente una miscela di eptano ed acetato di etile in rapporto 8:2 ed attendere qualche minuto, ed osservare le macchie a fine eluizione sotto luce UV.

**Osservazione 2:** la tecnica TLC mostra minime tracce di acido cinnamico nella miscela di reazione rispetto allo standard di riferimento, questo indica un buon grado di conversione della reazione, si procede quindi con la fase successiva.

- 9) Si raffredda quindi il prodotto a temperatura ambiente.
- 10) Montare un imbuto separatore da 500 ml su di un apposito supporto.
- 11) Prelevare 60 ml di NaOH al 3% ed aggiungerli alla miscela di reazione, per poi porre la soluzione in imbuto separatore.
- 12) Si estrae la soluzione dall'imbuto separatore 3 volte utilizzando 25 ml di acetato di etile ad ogni estrazione recuperando la fase organica.



Foto 2

- 13) Seccare la fase organica su  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  fino alla formazione di un sale eliminando tracce di acqua residua .
- 14) Preparare un filtro a pieghe con imbuto per filtrare il sale.
- 15) Evaporare il solvente a pressione ridotta in un apposito pallone tarato. 16) Pesare il prodotto così ottenuto.

**Osservazione 3:** il prodotto si presenta come un solido bianco, dopo l'evaporazione a pressione ridotta della soluzione limpida.

#### Conclusioni e calcoli:

##### - **Calcoli:**

m pallone + supporto in sughero = 151,34g

m totale = 151,91g m Cinnamato di metile

= 0,57g moli teoriche Cinnamato di metile =  $m/MM = 0,81g / 162,188 g/mol = 5 \text{ mmol}$  **resa (%):**

$(\text{massa di Cinnamato metile reale} / \text{massa teorica}) * 100 = (0,57g / 0,81g) * 100 = 70,3\%$  -

##### **Conclusioni:**

L'esterificazione dell'acido cinnamico a Cinnamato di metile è avvenuta con successo, come confermato dalla TLC, che ha mostrato una buona conversione dei reagenti nei prodotti. Inoltre bisognerebbe tenere conto del fatto che la reazione non è avvenuta completamente e l'equilibrio non è stato spostato completamente a destra, cosa che potrebbe essere evitata con un'attesa maggiore durante la fase di riscaldamento a ricadere, generando una resa maggiore.