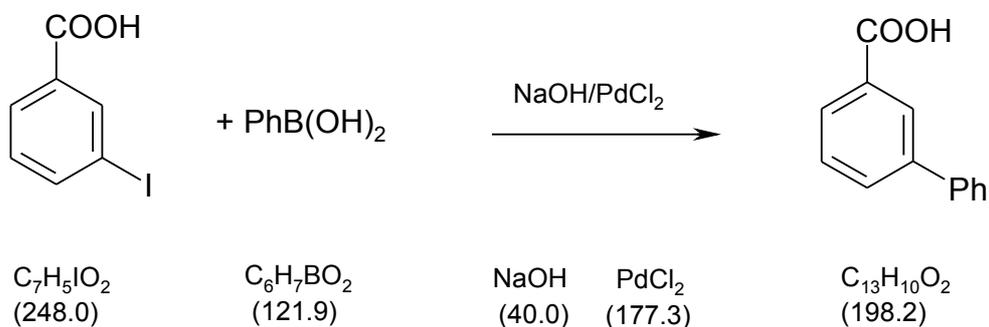


3018 Síntesis de ácido 3-fenilbenzoico a partir de ácido 3-yodobenzoico



Literatura

N. A. Bumagin, V. Bykov, *Tetrahedron* **1997**, *53*, 14437-14450.

Clasificación

Tipos de reacción y clases de productos

reacción de Suzuki

ácido arilborónico, yodoaromáticos, aromáticos, catalizador de metal de transición

Métodos o técnicas de trabajo

trabajo con gas protector, agitación con barra de agitación magnética, agitación, extracción, filtración, avaporación con rotavapor

Instrucciones (escala 2 mmol)

Equipo

matraz de dos bocas de 50 mL, suministro de gas protector, adaptador (con junta esmerilada, llave de paso esmerilada y acoplamiento para tubos), borboteador, embudo de separación, placa filtrante (porosidad 2), matraz Kitasato, rotavapor, agitador magnético, barra de agitación magnética

Productos

ácido 3-yodobenzoico (pf 186-188 °C)	496 mg (2,00 mmol)
ácido bencenoborónico (pf 217-220 °C)	268 mg (2,20 mmol)
NaOH	320 mg (8,00 mmol)
cloruro de paladio(II)	3,55 mg (0,020 mmol)
agua	108 mL
ácido clorhídrico (conc.)	algunas gotas
<i>tert</i> -butil metil eter (p eb 55 °C)	30 mL
gel de sílice 60 (0,063-0,200 mm)	

sulfato sódico para secar

Reacción

El montaje de la reacción está constituido por un matraz de dos bocas de 50 mL provisto de barra de agitación magnética, borboteador y adaptador con junta esmerilada, llave de paso esmerilada y acoplamiento para tubos, conectado a una bombona de nitrógeno. Se introducen en el matraz 320 mg (8,00 mmol) de hidróxido sódico disueltos en 8 mL de agua. Con agitación fuerte a temperatura ambiente y en atmósfera de nitrógeno, se añaden 496 mg (2,00 mmol) de ácido 3-yodobenzoico, y después se añaden a esta disolución 268 mg (2,20 mmol) de ácido bencenoborónico y 3,54 mg (0,020 mmol) de cloruro de paladio(II). La mezcla se agita durante otros diez minutos.

Elaboración

La mezcla de reacción se filtra con una placa filtrante o con un filtro de pliegues. El filtrado se diluye con 100 mL de agua y se acidula con unas gotas de ácido clorhídrico concentrado. Se filtra el precipitado sólido y se disuelve en unos 30 mL de *tert*-butil metil eter. La disolución etérea se filtra a través de gel de sílice, se lava con agua en un embudo de separación y se seca sobre sulfato sódico. Una vez filtrado el agente desecante, se evapora el disolvente en el rotavapor. Se obtiene como residuo un producto cristalino.

Rendimiento: 353 mg (1,78 mmol, 89%); residuo incoloro, pf 166 °C (ver analíticas para la pureza)

Manejo de residuos

Reciclado

El *tert*-butil metil eter evaporado se recoge y se redestila.

Eliminación de residuos

Residuo	Eliminación
fases acuosas	neutralizar, luego: mezclas de disoluciones acuosas, conteniendo halógenos, conteniendo metales pesados
sulfato sódico	residuos sólidos, libres de mercurio
gel de sílice	residuos sólidos, libres de mercurio

Tiempo

1 hora

Pausa

después de preipitar el ácido 3-fenilbenzoico

Grado de dificultad

Fácil

Instrucciones (escala 10 mmol)

Equipo

matraz de dos bocas de 100 mL, suministro de gas protector, adaptador (con junta esmerilada, llave de paso esmerilada y acoplamiento para tubos), borboteador, embudo de separación, placa filtrante (porosidad 2), matraz Kitasato, rotavapor, agitador magnético, barra de agitación magnética

Productos

ácido 3-yodobenzoico (pf 186-188 °C)	2,48 g (10,00 mmol)
ácido bencenoborónico (pf 217-220 °C)	1,34 g (11,0 mmol)
NaOH	1,60 g (40,0 mmol)
cloruro de paladio(II)	17,75 mg (0,100 mmol)
agua	290 mL
ácido clorhídrico (conc.)	algunas gotas
<i>tert</i> -butil metil eter (p eb 55 °C)	100 mL
gel de sílice 60 (0,063-0,200 mm)	
sulfato sódico para secar	

Reacción

El montaje de la reacción esta constituido por un matraz de dos bocas de 100 mL provisto de barra de agitación magnética, borboteador y adaptador con junta esmerilada, llave de paso esmerilada y acoplamiento para tubos, conectado a una bombona de nitrógeno. Se introducen en el matraz 1,60 g (40,0 mmol) de hidróxido sódico disueltos en 40 mL de agua. Con agitación fuerte a temperatura ambiente y en atmósfera de nitrógeno, se añaden 2,48 g (10,0 mmol) de ácido 3-yodobenzoico, y después se añaden a esta disolución 1,34 g (11,0 mmol) de ácido bencenoborónico y 17,7 mg (0,100 mmol) de cloruro de paladio(II). La mezcla se agita durante otros diez minutos.

Elaboración

La mezcla de reacción se filtra con una placa filtrante o con un filtro de pliegues. El filtrado se diluye con 250 mL de agua y se acidula con unas gotas de ácido clorhídrico concentrado. Se filtra el precipitado sólido y se disuelve en unos 100 mL de *tert*-butil metil eter. La disolución etérea se filtra a través de gel de sílice, se lava con agua en un embudo de separación y se seca sobre sulfato sódico. Una vez filtrado el agente desecante, se evapora el disolvente en el rotavapor. Se obtiene como residuo un producto cristalino.

Rendimiento: 1,73 g (8,72 mmol, 87%); residuo incoloro, pf 166 °C (ver analíticas para la pureza)

Manejo de residuos

Reciclado

El *tert*-butil metil eter evaporado se recoge y se redestila.

Eliminación de residuos

Residuo	Eliminación
---------	-------------

fases acuosas	neutralizar, luego: mezclas de disoluciones acuosas, conteniendo halógenos, conteniendo metales pesados
sulfato sódico	residuos sólidos, libres de mercurio
gel de sílice	residuos sólidos, libres de mercurio

Tiempo

1 hora

Pausa

después de preipitar el ácido 3-fenilbenzoico

Grado de dificultad

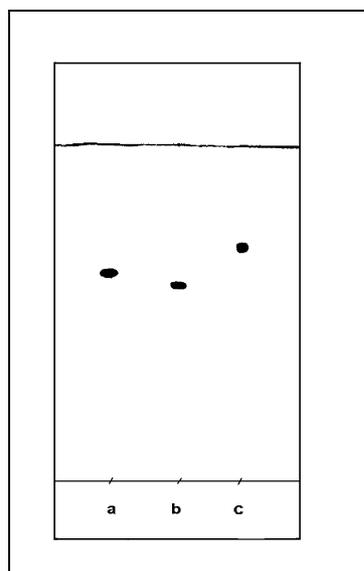
Fácil

Analíticas**TLC**

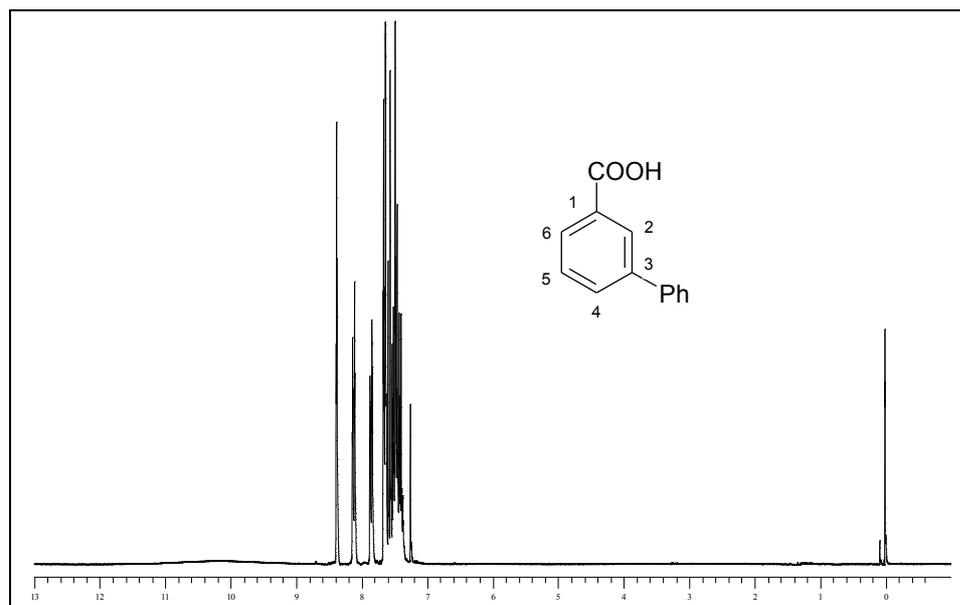
Condiciones de TLC:

adsorbente: gel de sílice Merck 60 F₂₅₄, 5 x 10 cm
 eluyente: etanol

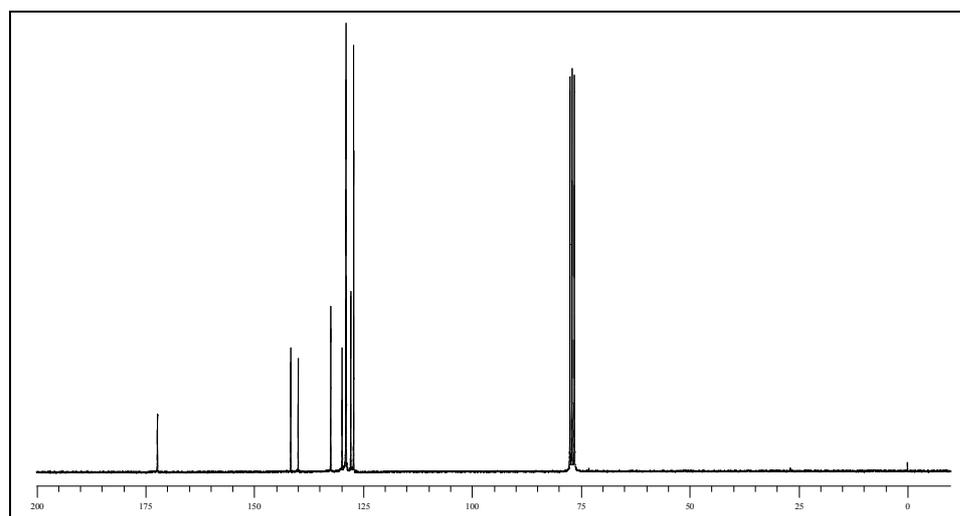
R_f (ácido 3-fenilbenzoico) 0,61
 R_f (ácido 3-yodobenzoico) 0,58
 R_f (ácido bencenoborónico) 0,69



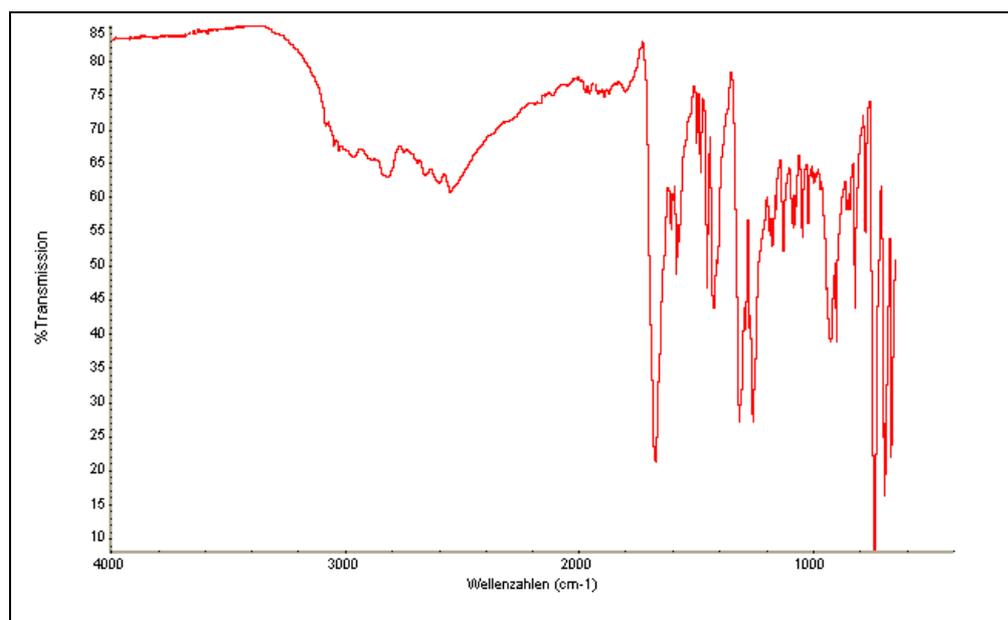
- a) ácido 3-fenilbenzoico (producto)
- b) ácido 3-yodobenzoico (producto de partida)
- c) ácido bencenoborónico (producto de partida)

Espectro ^1H NMR del producto (250 MHz, CDCl_3)

δ (ppm)	Multiplicidad	Número de H	Asignación
7,34-7,69	m	6	fenil-H + 5-H
7,86	m (d)	1	4-H
8,12	m (d)	1	6-H
8,38	m (s)	1	2-H
10,20	bs	1	COOH
7,26			disolvente

Espectro ^{13}C NMR del producto (62.5 MHz, CDCl_3)

$\delta = 127,16, 127,83, 128,85, 128,92, 128,95, 128,98, 129,82, 132,42, 139,91, 141,62, 172,22$ (COOH), 76,5-77,5 (disolvente)

Espectro IR del producto (ATR)

(cm ⁻¹)	Asignación
2500-3300	tensión O-H, ácido carboxílico, superpuesta con tensión C-H ácido carboxílico
1675	tensión C=O, ácido carboxílico
1584	tensión C=C, areno