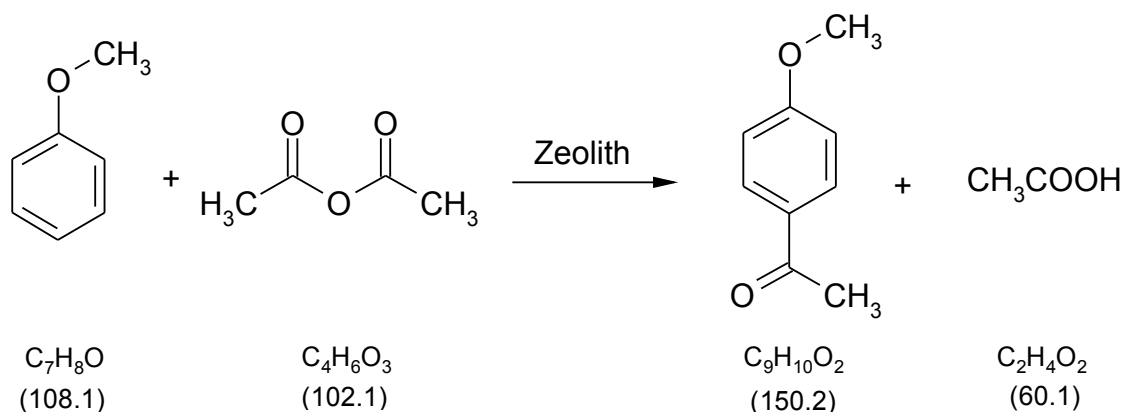


## 4010 Síntesis de *p*-metoxiacetofenona a partir de anisol



### Clasificación

#### Tipos de reacción y clases de productos

sustitución electrófila de aromáticos, acilación de Friedel-Crafts, reacción del grupo carbonilo en derivados de ácido carboxílico

aromáticos, anhídrido de ácido carboxílico, catalizador ácido

#### Métodos o técnicas de trabajo

calefacción a reflujo, agitación con barra de agitación magnética, filtración, evaporación con rotavapor, destilación a presión reducida, calefacción con baño de aceite

### Instrucciones (escala 100 mmol)

#### Equipo

matraz de fondo redondo de 50 mL, refrigerante de reflujo, embudo Büchner ( $\varnothing = 6,0$  cm), matraz Kitasato, agitador magnético con calefacción y con barra de agitación magnética, rotavapor, aparato de destilación, baño de aceite

#### Productos

anisol (p eb 156 °C)	10,8 g (10,9 mL, 100 mmol)
anhídrido acético (p eb. 140 °C)	15,3 g (14,2 mL, 150 mmol)
Zeolita H-BEA 25 (Süd-Chemie)	2,88 g
etanol (p eb 78 °C)	20 mL

#### Reacción

Se introducen 10,8 g (10,9 mL, 100 mmol) de anisol, 15,3 g (14,2 mL, 150 mmol) de anhídrido acético y 2,88 g de Zeolita H-BEA 25 en un matraz de fondo redondo de 50 mL provisto de barra para agitación magnética y refrigerante de reflujo. La mezcla de reacción se calienta durante 6 horas con agitación a 150 °C.

**Elaboración**

El catalizador se filtra a través de un embudo Büchner ( $\varnothing = 6,0$  cm) y se lava con 20 mL de etanol. El filtrado se concentra en el rotavapor.

Rendimiento bruto: 16,2 g; pureza por GC 78% (ver analíticas)

El producto bruto se destila fraccionadamente a vacío a 12 hPa (temperatura del baño de aceite hasta 165 °C). Rendimiento:

Fracción 1: p eb 45 °C (12 hPa) (producto de partida)

Fracción 2: p eb 138 °C (12 hPa) (producto); 11,6 g (77,2 mmol, 77%), sólido blanco, pf 36 °C; pureza por GC > 99%

**Comentarios**

Cuando se usan cantidades equimoleculares de anisol y anhídrido acético, es necesario un tiempo de reacción de 20 horas por lo menos. Empleando un exceso de 1,5 equivalentes de anhídrido acético, el tiempo de reacción se reduce a 6 horas.

**Manejo de residuos****Eliminación de residuos**

Resíduo	Eliminación
fracción 1 de la destilación	disolventes orgánicos, libres de halógenos
resíduos de la destilación	disolver en una pequeña cantidad de acetona, luego: disolventes orgánicos, libres de halógenos
etanol usado para lavar	disolventes orgánicos, libres de halógenos
resíduos del catalizador	resíduos sólidos, libres de mercurio

**Tiempo**

6 horas para la reacción, 3 horas para la destilación.

**Pausa**

Después de calentar a reflujo y después de concentrar en el rotavapor.

**Grado de dificultad**

Fácil

**Instrucciones (escala 10 mmol)****Equipo**

matraz de fondo redondo de 10 mL, refrigerante de reflujo, embudo Büchner ( $\varnothing = 2,0$  cm), matraz Kitasato, agitador magnético con calefacción y con barra de agitación magnética, rotavapor, aparato de destilación kugelrohr o de microdestilación, baño de aceite

**Productos**

anisol (p eb 156 °C)	1,08 g (1,09 mL, 10,0 mmol)
anhídrido acético (p eb. 140 °C)	1,53 g (1,42 mL, 15,0 mmol)
Zeolita H-BEA 25 (Süd-Chemie)	0,29 g

etanol (p eb 78 °C)

15 mL

### Reacción

Se introducen 1,08 g (1,09 mL, 10,0 mmol) de anisol, 1,53 g (1,42 mL, 15,0 mmol) de anhídrido acético y 0,288 g de Zeolita H-BEA 25 en un matraz de fondo redondo de 10 mL provisto de barra para agitación magnética y refrigerante de reflujo. La mezcla de reacción se calienta durante 6 horas con agitación a 150 °C.

### Elaboración

El catalizador se filtra a través de un embudo Büchner ( $\varnothing = 2,0$  cm) y se lava con 15 mL de etanol. El filtrado se concentra en el rotavapor.

Rendimiento bruto: 1,35 g

El producto bruto se destila en un aparato de destilación kugelrohr a 12 hPa (temperatura del baño de aceite hasta 165 °C).

Rendimiento: 1,11 g (7,39 mmol, 74%), sólido blanco, pf 35.6-37.5 °C

### Comentarios

Cuando se usan cantidades equimoleculares de anisol y anhídrido acético, es necesario un tiempo de reacción de 20 horas por lo menos. Empleando un exceso de 1,5 equivalentes de anhídrido acético, el tiempo de reacción se reduce a 6 horas.

### Manejo de residuos

#### Eliminación de residuos

Resíduo	Eliminación
resíduos de la destilación	disolver en una pequeña cantidad de acetona, luego: disolventes orgánicos, libres de halógenos
etanol usado para lavar	disolventes orgánicos, libres de halógenos
resíduos del catalizador	resíduos sólidos, libres de mercurio

### Tiempo

6 horas para la reacción, 3 horas para la destilación.

### Pausa

Después de calentar a reflujo y después de concentrar en el rotavapor.

### Grado de dificultad

Fácil

### Analíticas

#### Monitorización de la reacción por GC

Preparación de la muestra:

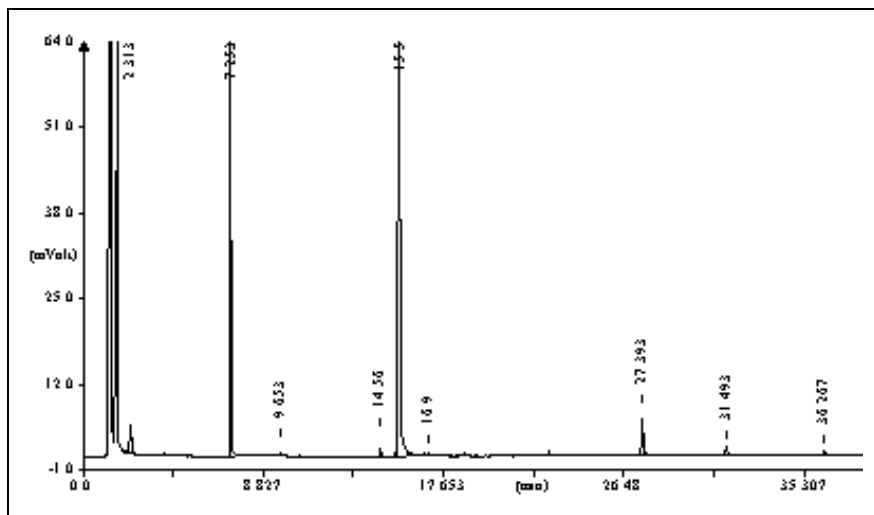
Usando una pipeta Pasteur, se coge una gota de la mezcla de reacción, se diluye con 10 mL de diclorometano y se filtra. Se inyectan 0.2  $\mu$ L del filtrado.

Condiciones de GC:

columna: DB-1, L=28 m, d=0,32 mm, capa=0,25  $\mu$ m  
 inyección: Inyección en columna, volumen inyectado 0,2  $\mu$ L  
 gas portador: H<sub>2</sub> (40 cm/s)  
 horno: 40 °C (5 min), 10 °C/min 240 °C (30 min)  
 detector: FID, 270 °C

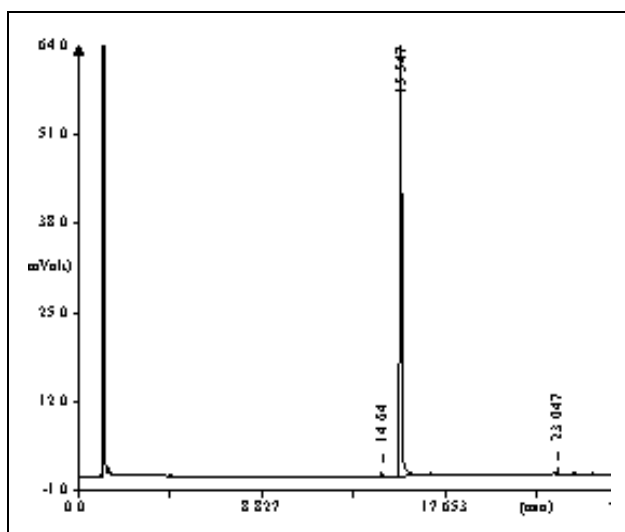
El porcentaje de concentración se calculó a partir del área de los picos

### GC del producto bruto

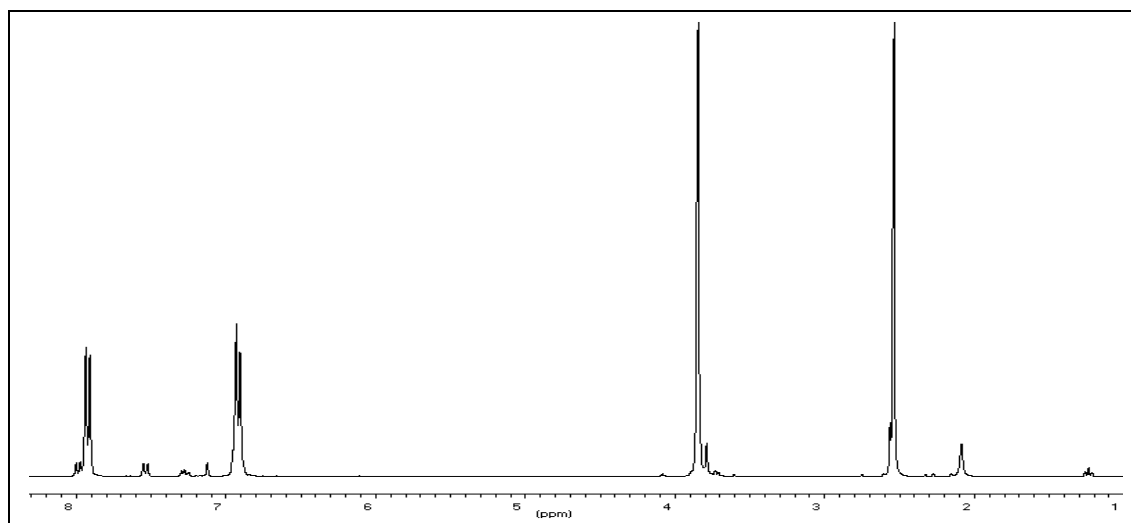
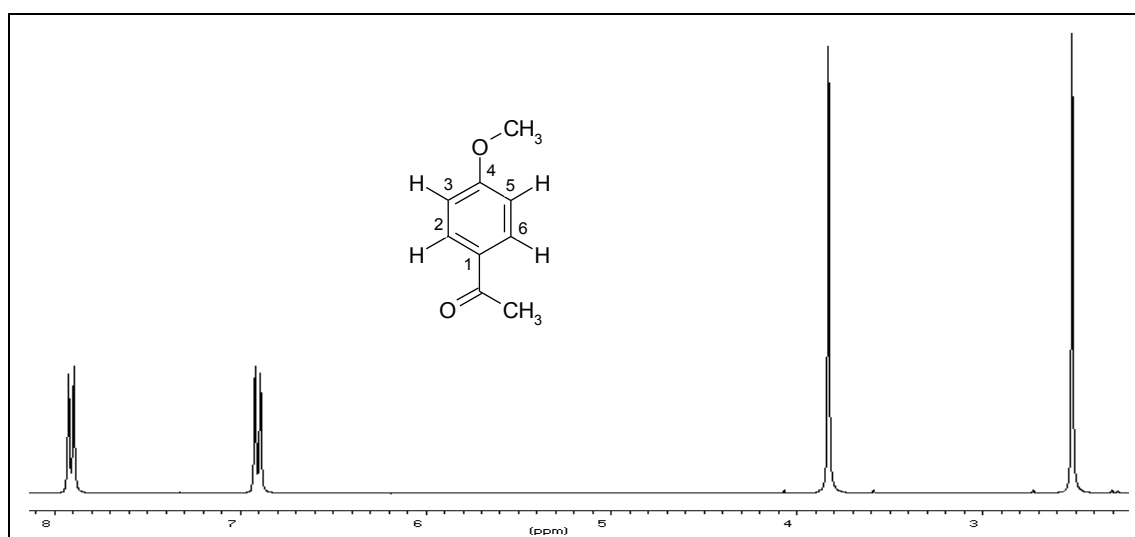


Tiempo de retención (min)	Producto	Área del pico %
2,31	reactivo (anhídrido acético)	5,8
7,25	reactivo (anisol)	14,4
15,50	producto ( <i>p</i> -metoxiacetofenona)	77,8
27,39	subproducto	0,96

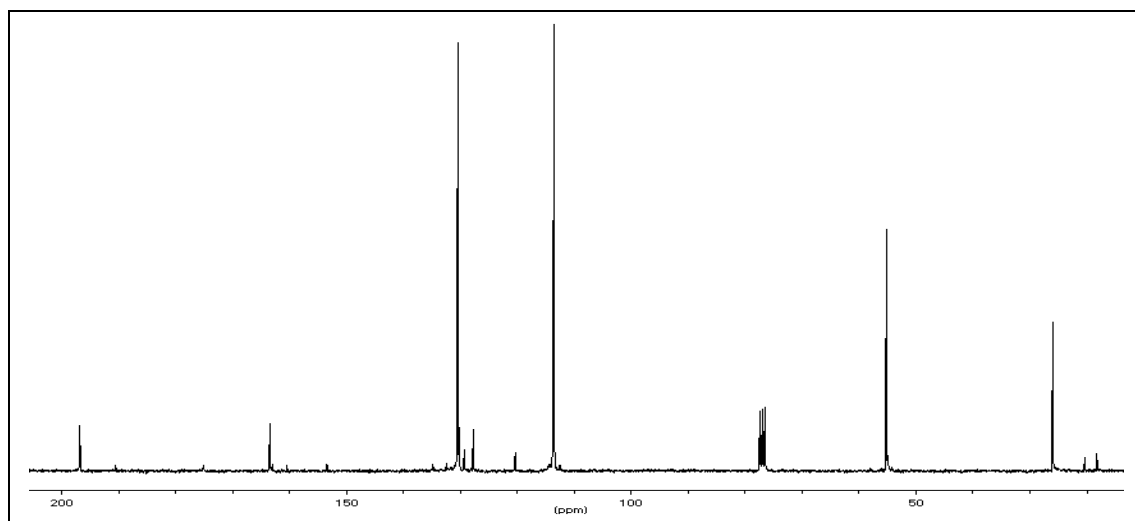
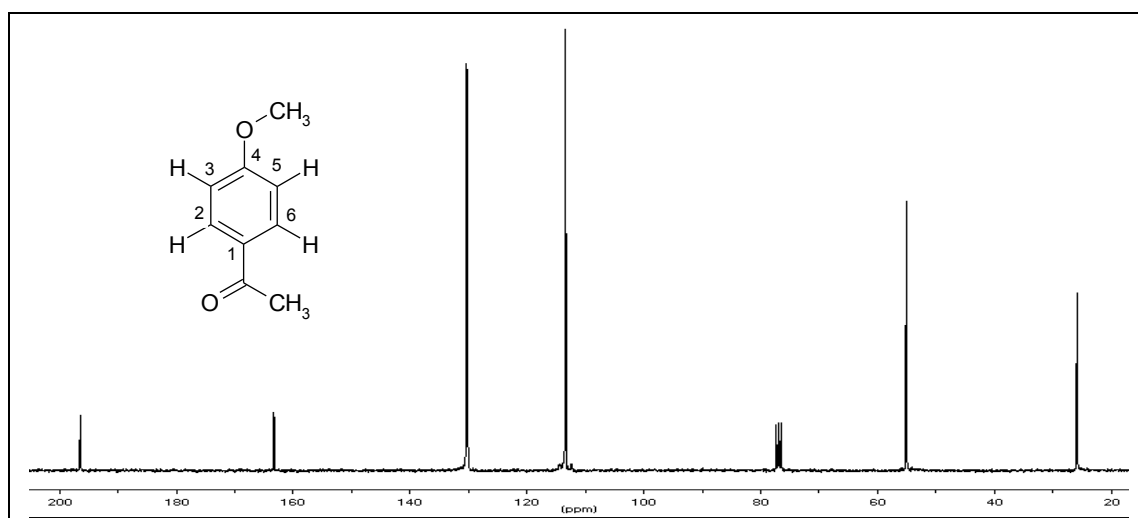
### GC del producto puro



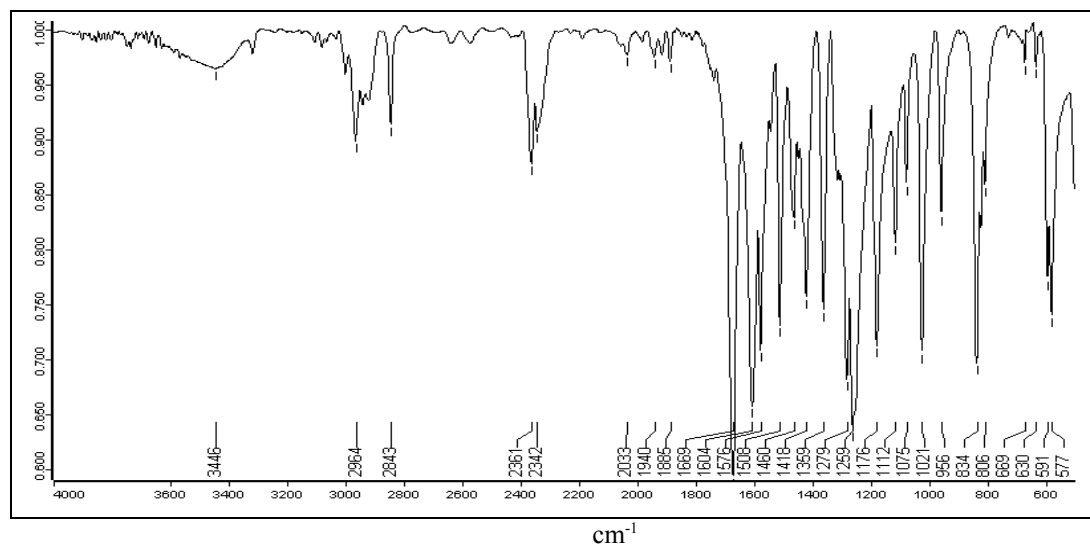
Tiempo de retención (min)	Producto	Área del pico %
15,55	producto ( <i>p</i> -metoxiacetofenona)	99,7

**Espectro  $^1\text{H}$  NMR del producto bruto (300 MHz,  $\text{CDCl}_3$ )****Espectro  $^1\text{H}$  NMR del producto puro (300 MHz,  $\text{CDCl}_3$ )**

$\delta$ (ppm)	Multiplicidad	Número de H	Asignación
2,54	s	3	-CO-CH <sub>3</sub>
3,85	s	3	-O-CH <sub>3</sub>
6,91	m (AA')	2	3-H, 5-H
7,91	m (XX')	2	2-H, 6-H

**Espectro  $^{13}\text{C}$  NMR del producto bruto (75,5 MHz,  $\text{CDCl}_3$ )****Espectro  $^{13}\text{C}$  NMR del producto puro (75,5 MHz,  $\text{CDCl}_3$ )**

$\delta$ (ppm)	Asignación
196,34	-CO-CH <sub>3</sub>
163,25	C-4
130,29	C-2, C-6
130,09	C-1
113,43	C-3, C-5
55,15	-O-CH <sub>3</sub>
25,98	-CO-CH <sub>3</sub>
76,5-77,57	disolvente

**Espectro IR del producto puro (Film)**

(cm <sup>-1</sup> )	Asignación
3000	tensión C-H, areno
2964	tensión C-H, alcano
2843	tensión C-H, alcano, O-CH <sub>3</sub>
1617	tensión C=O, cetona
1604, 1576, 1508	tensión C=C, areno