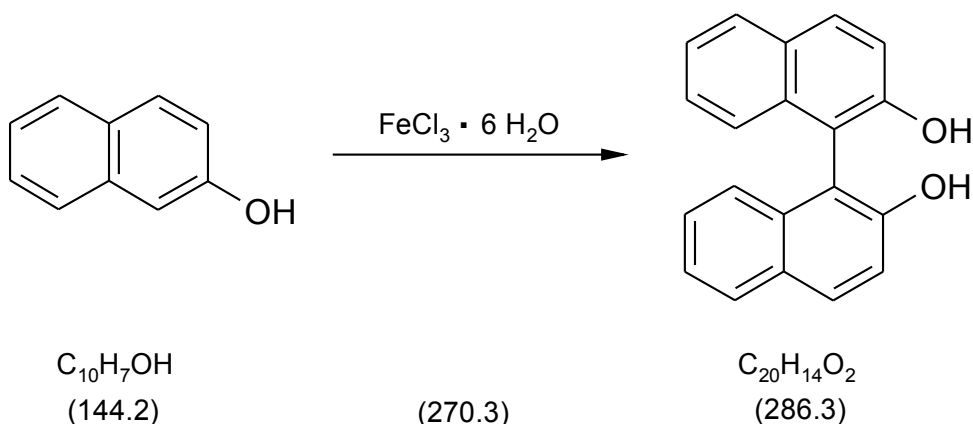


## 4016 Síntesis de (±)-2,2'-dihidroxi-1,1'-binaftil (1,1'-bi-2-naftol)



### Clasificación

#### Tipos de reacción y clases de productos

acoplamiento oxidativo  
naftol, aromáticos

#### Métodos o técnicas de trabajo

calefacción a reflujo, agitación con barra de agitación magnética, eliminación de agua por destilación azeotrópica, filtración, evaporación con rotavapor, calefacción con baño de aceite

escala de 100 mmol, adicionalmente:

agitación con agitador KPG, calefacción con manta de calefacción regulable como alternativa al baño de aceite

### Instrucciones (escala 10 mmol)

#### Equipo

matraz de dos bocas de 250 mL, refrigerante de reflujo, embudo de adición con presión compensada y salida larga, matraz de fondo redondo de 100 mL, agitador magnético con calefacción, barra de agitación magnética, embudo Büchner ( $\varnothing = 5,5$  cm), matraz Kitasato, separador de agua, desecador, baño de aceite

#### Productos

2-naftol (pf 122-123 °C)	1,44 g (10,0 mmol)
cloruro de hierro(III) hexahidrato	2,70 g (10,0 mmol)
tolueno (bp 111 °C)	unos 30 mL
agua	120 mL

**Reacción**

El montaje de la reacción consiste en un matraz de dos bocas de 250 mL provisto de barra de agitación magnética, refrigerante de reflujo y embudo de adición con salida larga que se introduce dentro de la disolución de la reacción contenida en el matraz. Como fuente de calefacción se emplea un baño de aceite.

En el matraz de reacción se disuelven 1,44 g (10,0 mmol) de 2-naftol en 100 mL de agua con agitación y calentando a ebullición en un baño de aceite a una temperatura de 130 °C. Con agitación fuerte se transfiere lentamente desde el embudo de adición la disolución de 2,70 g (10,0 mmol) de cloruro de hierro(III) hexahidrato en 20 mL de agua durante un periodo de 20 minutos directamente en la disolución de la reacción. Luego se agita durante una hora más con una temperatura del baño de 100 °C.

**Elaboración**

El sólido precipitado de la disolución caliente se filtra con un embudo Büchner. El sólido se lava con 20 mL de agua metiéndolo de nuevo en el matraz, agitándolo y calentándolo a reflujo durante 10 minutos, y filtrándolo de nuevo. Para purificar y eliminar el agua residual, el producto bruto así obtenido se calienta a reflujo con 30 mL de tolueno agitando con una barra de agitación magnética en un matraz de fondo redondo de 100 mL con un separador de agua, durante 2 horas. Una vez enfriada a temperatura ambiente, se guarda el matraz en el frigorífico para que cristalice. El producto precipitado se filtra y se seca en el desecador.

Rendimiento: 0,930 g (3,25 mmol, 66%); pf 216 °C

Puede obtenerse una fracción más de cristales evaporando las aguas madres en el rotavapor hasta un 50% de su volumen y enfriando nuevamente en el frigorífico.

Rendimiento: 0,110 g (0,384 mmol, 8%); pf 212 °C

Rendimiento total: 1,04 g (3,63 mmol, 73%); sólido marrón claro

**Comentarios**

El producto se emplea como producto de partida en NOP 4014.

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

Resíduo	Eliminación
fases acuosas	mezcla de disoluciones acuosas, conteniendo halógenos
aguas madres (tolueno)	disolventes orgánicos, conteniendo halógenos

**Tiempo**

5-6 horas

**Pausa**

Antes de calentar en el separador de agua

**Grado de dificultad**

Medio

## Instrucciones (escala 100 mmol)

### Equipo

matraz de tres bocas de 2 L, refrigerante de reflujo, embudo de adición con presión compensada y salida larga, matraz de fondo redondo de 500 mL, agitador KPG, embudo Büchner ( $\varnothing = 10$  cm), matraz Kitasato, agitador magnético con calefacción, barra de agitación magnética, separador de agua, desecador, baño de aceite, manta calefactora regulable como alternativa al baño de aceite

### Productos

2-naftol (pf 122-123 °C)	14,4 g (100 mmol)
cloruro de hierro(III) hexahidrato	27,0 g (100 mmol)
tolueno (bp 111 °C)	unos 200 mL
agua	1,5 L

### Reacción

El montaje de la reacción consiste en un matraz de tres bocas de 2 L provisto de agitador KPG, refrigerante de reflujo y embudo de adición con salida larga que se introduce dentro de la disolución de la reacción contenida en el matraz. Como fuente de calefacción se emplea un baño de aceite o, alternativamente, una manta calefactora regulable.

En el matraz de reacción se disuelven 14,4 g (100 mmol) de 2-naftol en 1 L de agua con agitación y calentando a ebullición en un baño de aceite a una temperatura de 130 °C. Con agitación fuerte se transfiere lentamente desde el embudo de adición la disolución de 27,0 g (100 mmol) de cloruro de hierro(III) hexahidrato en 200 mL de agua durante un periodo de una hora directamente en la disolución de la reacción. Luego se agita durante una hora más con una temperatura del baño de 100 °C.

### Elaboración

El sólido precipitado de la disolución caliente se filtra con un embudo Büchner. El sólido se lava con 5000 mL de agua metiéndolo de nuevo en el matraz, agitándolo y calentándolo a reflujo durante 10 minutos, y filtrándolo de nuevo. Para purificar y eliminar el agua residual, el producto bruto así obtenido se calienta a reflujo con 200 mL de tolueno agitando con una barra de agitación magnética en un matraz de fondo redondo de 500 mL con un separador de agua, durante 2 horas. Una vez enfriada a temperatura ambiente, se guarda el matraz en el frigorífico para que cristalice. El producto precipitado se filtra y se seca en el desecador.

Rendimiento: 9,80 g (34,2 mmol, 68%); pf 216 °C, sólido marrón claro

Para comprobar que la cristalización ha sido completa, las aguas madres se evaporan en el rotavapor hasta un 50% de su volumen y se enfrían de nuevo en el frigorífico

### Comentarios

El producto se emplea como producto de partida en NOP 4014.

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

Residuo	Eliminación
fases acuosas	mezcla de disoluciones acuosas, conteniendo halógenos
aguas madres (tolueno)	disolventes orgánicos, conteniendo halógenos

**Tiempo**

6-7 horas

**Pausa**

Antes de calentar en el separador de agua

**Grado de dificultad**

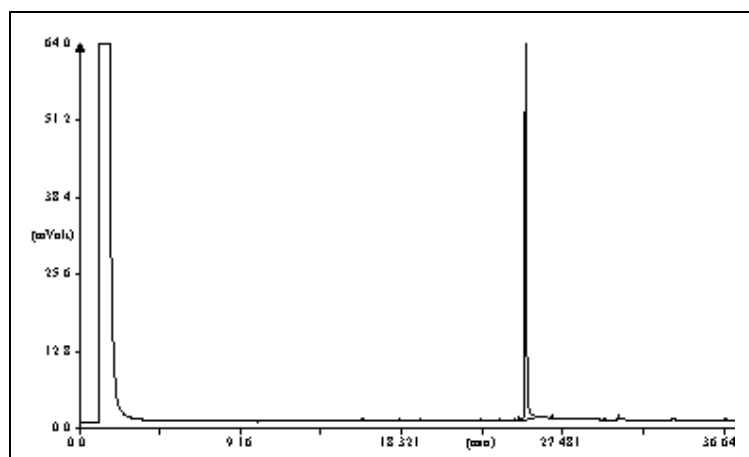
Medio

**Analíticas**

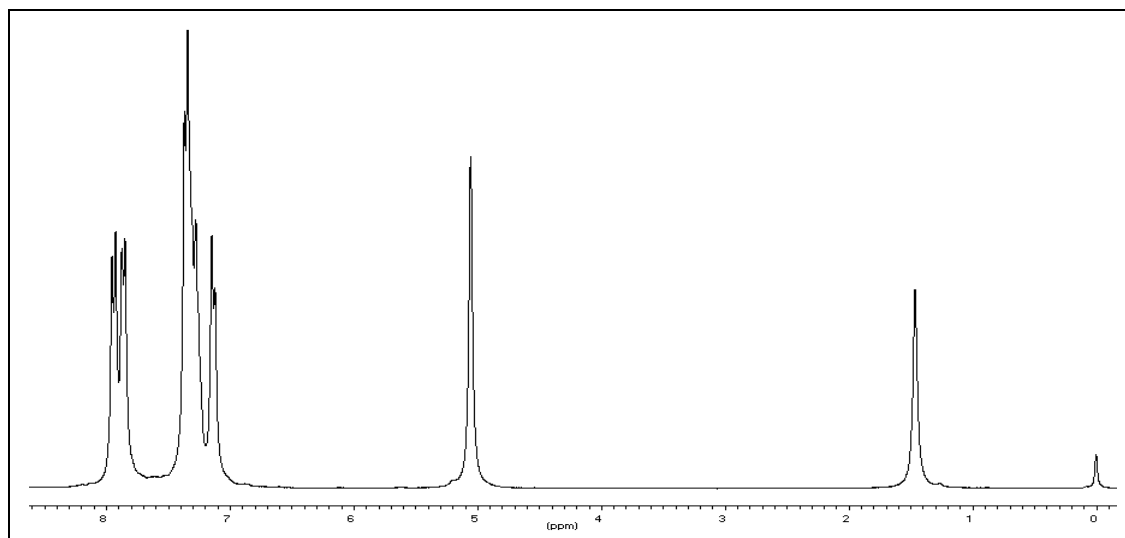
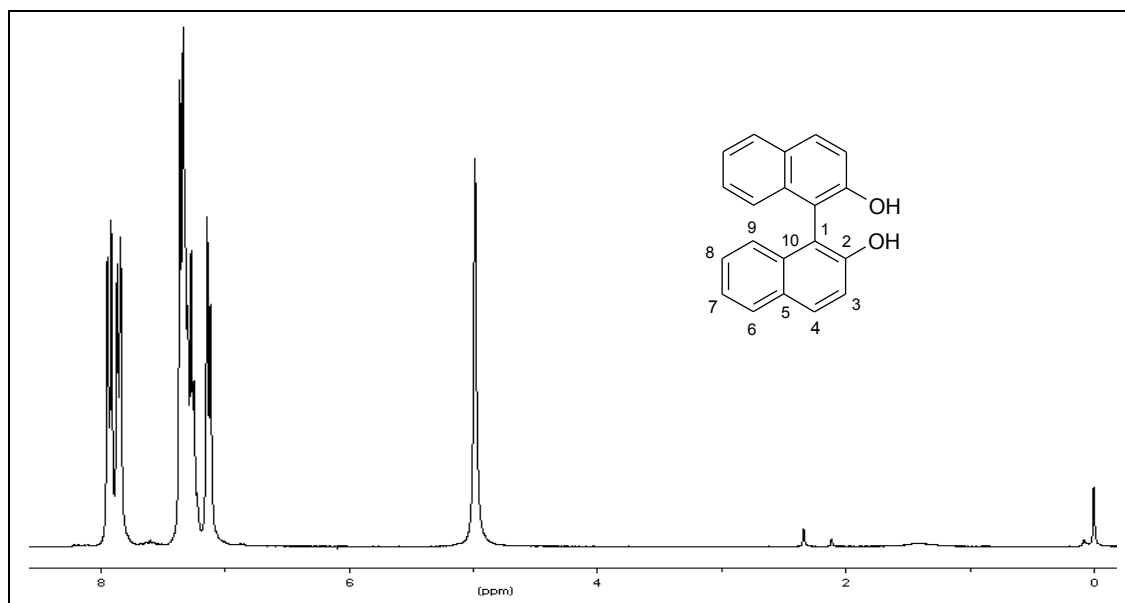
Condiciones de GC:

columna: DB-1, 28 m, diametro interno 0,32 mm, capa 0,25  $\mu\text{m}$   
 inyección: inyección en columna  
 gas portador: hidrógeno (40 cm/s)  
 horno: 90 °C (5 min), 10 °C/min hasta 240 °C (30 min)  
 detector: FID, 270 °C

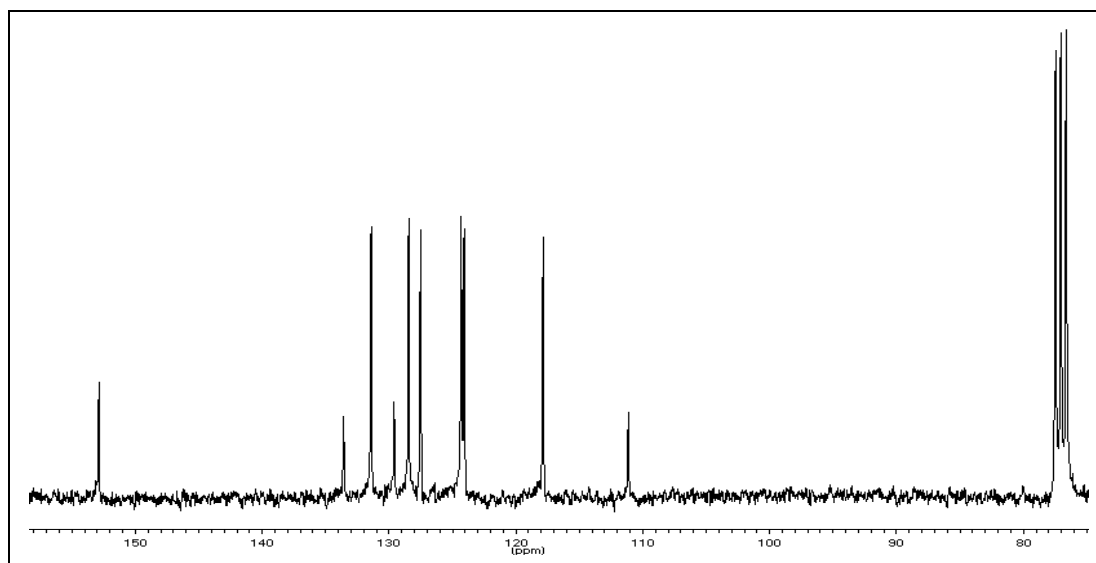
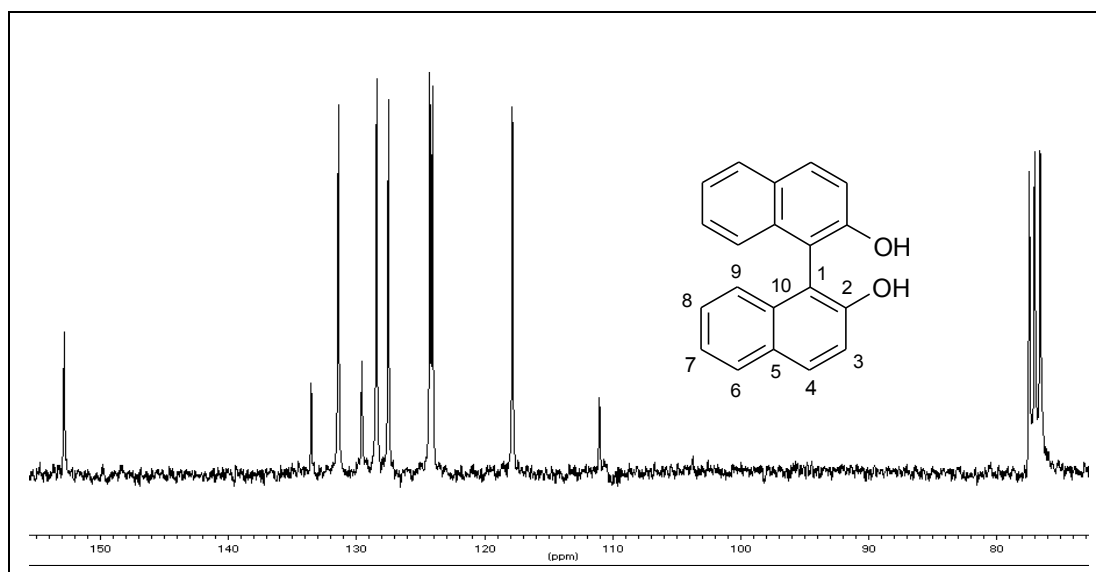
El porcentaje de concentración se calculó a partir del área de los picos.

**GC del producto bruto**

Tiempo de retención (min)	Producto	Area del pico%
25,39	producto	97,8
	impurezas	< 1,2

**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
5,05	s	2	OH
7,13	d	2	3-H
7,40-7,21	m	6	7-H, 8-H, 9-H
7,85	d	2	4-H (6-H)
7,93	d	2	6-H (4-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
152,8	C-2
133,5	C-10
131,4	C-5
129,6	C-4
128,4	C-6
127,5	C-8
124,2	C-9
124,0	C-7
117,8	C-3
111,0	C-1
76,5-77,5	disolvente