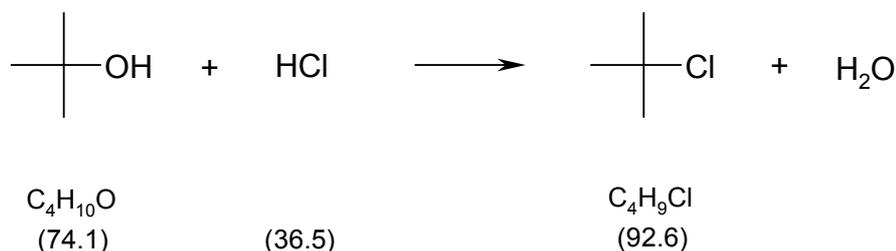


4026 Síntesis de 2-cloro-2-metilpropano (cloruro de tert-butilo) a partir de tert-butanol



Clasificación

Tipos de reacción y clases de productos

sustitución nucleófila
cloroalcano, alcohol

Métodos o técnicas de trabajo

agitación con barra de agitación magnética, destilación en columna, filtración, uso de baño refrigerante de hielo, calefacción con baño de aceite

Instrucciones (escala 10 mmol)

Equipo

matraz de dos bocas de 10 mL, refrigerante de reflujo, borboteador, agitador magnético con calefacción, barra de agitación magnética, baño de hielo, embudo de separación, aparato de destilación, columna Vigreux de 10 cm

Productos

tert-butanol (p eb 82-83 °C) 741 mg (0,950 mL, 10,0 mmol)
 ácido clorhídrico (conc., 36%) 3,04 g (2,56 mL, 30,0 mmol)
 cloruro sódico
 sulfato sódico para secar

Reacción

Se introducen 3,0 g (2,6 mL, 30 mmol) de ácido clorhídrico concentrado en un matraz de dos bocas de 10 mL equipado con barra de agitación magnética y refrigerante de reflujo con borboteador (re lleno de aceite de parafina). La mezcla se enfría en baño de hielo. Manteniendo la refrigeración y con agitación fuerte se añaden 741 mg (0,950 mL, 10,0 mmol) de *tert*-butanol. La mezcla de reacción se agita hasta el día siguiente a temperatura ambiente.

Elaboración

Se añade cloruro sódico a la mezcla de reacción hasata saturar la fase acuosa. Las fases se separan en un embudo de separación, y la fase orgánica se seca sobre sulfato sódico. Una vez

filtrado el agente desecante, el producto bruto se destila con una columna Vigreux de 10 cm a presión atmosférica, conduciendo a una única fracción de producto.

Rendimiento: 639 mg (6,90 mmol, 69%); p eb 50–52 °C, líquido incoloro; $n_D^{20} = 1,384$

Comentarios

En el producto bruto puede detectarse una pequeña cantidad de *tert*-butanol sin reaccionar. Después de la destilación se detectan muy pocos subproductos (< 5%). Durante la reacción se forma una pequeña cantidad de isobuteno.

Manejo de residuos

Eliminación de residuos

Resíduo	Eliminación
fases acuosas	mezcla de disoluciones acuosas, conteniendo halógenos
resíduo de destilación	disolventes orgánicos, conteniendo halógenos
sulfato sódico	resíduos sólidos, libres de mercurio

Tiempo

4 horas

Pausa

Antes de la destilación

Grado de dificultad

Fácil

Instrucciones (escala 10 mmol)

Equipo

matraz de dos bocas de 100 mL, refrigerante de reflujo, borboteador, agitador magnético con calefacción, barra de agitación magnética, baño de hielo, embudo de separación, aparato de destilación, columna Vigreux de 10 cm

Productos

tert-butanol (p eb 82-83 °C) 7,41 g (9,50 mL, 100 mmol)

ácido clorhídrico (conc., 36%) 30,4 g (25,6 mL, 300 mmol)

cloruro sódico

sulfato sódico para secar

Reacción

Se introducen 30,4 g (25,6 mL, 300 mmol) de ácido clorhídrico concentrado en un matraz de dos bocas de 100 mL equipado con barra de agitación magnética y refrigerante de reflujo con borboteador (relleno de aceite de parafina). La mezcla se enfría en baño de hielo. Manteniendo la refrigeración y con agitación fuerte se añaden 7,41 g (9,50 mL, 100 mmol) de *tert*-butanol. La mezcla de reacción se agita hasta el día siguiente a temperatura ambiente.

Elaboración

Se añade cloruro sódico a la mezcla de reacción hasta saturar la fase acuosa. Las fases se separan en un embudo de separación, y la fase orgánica se seca sobre sulfato sódico. Una vez filtrado el agente desecante, el producto bruto se destila con una columna Vigreux de 10 cm a presión atmosférica, conduciendo a una única fracción de producto.

Rendimiento: 7,60 g (82,1 mmol, 82%); p eb 50–52 °C, líquido incoloro; $n_D^{20} = 1,3858$

Comentarios

En el producto bruto puede detectarse una pequeña cantidad de *tert*-butanol sin reaccionar. Después de la destilación se detectan muy pocos subproductos (< 5%). Durante la reacción se forma una pequeña cantidad de isobuteno.

Manejo de residuos**Eliminación de residuos**

Resíduo	Eliminación
fases acuosas	mezcla de disoluciones acuosas, conteniendo halógenos
resíduo de destilación	disolventes orgánicos, conteniendo halógenos
sulfato sódico	resíduos sólidos, libres de mercurio

Tiempo

4 horas

Pausa

Antes de la destilación

Grado de dificultad

Fácil

Instrucciones (escala 10 mmol)**Equipo**

matraz de dos bocas de 500 mL, refrigerante de reflujo, borboteador, agitador magnético con calefacción, barra de agitación magnética, baño de hielo, embudo de separación, aparato de destilación, columna Vigreux de 10 cm

Productos

<i>tert</i> -butanol (p eb 82-83 °C)	74,1 g (95,0 mL, 1,00 mol)
ácido clorhídrico (conc., 36%)	304 g (256 mL, 3,00 mol)
cloruro sódico	
sulfato sódico para secar	

Reacción

Se introducen 304 g (256 mL, 3,00 mol) de ácido clorhídrico concentrado en un matraz de dos bocas de 500 mL equipado con barra de agitación magnética y refrigerante de reflujo con borboteador (re lleno de aceite de parafina). La mezcla se enfría en baño de hielo. Manteniendo la refrigeración y con agitación fuerte se añaden 74,1 g (95,0 mL, 1,00 mol) de *tert*-butanol. La mezcla de reacción se agita hasta el día siguiente a temperatura ambiente.

Elaboración

Se añade cloruro sódico a la mezcla de reacción hasata saturar la fase acuosa.. Las fases se separan en un embudo de separación, y la fase orgánica se seca sobre sulfato sódico. Una vez filtrado el agente desecante, el producto bruto se destila con una columna Vigreux de 10 cm a presión atmosférica, conduciendo a una única fracción de producto.

Rendimiento: 78,1 g (843 mmol, 84%); p eb 50–52 °C, líquido incoloro; $n_D^{20} = 1,384$

Comentarios

En el producto bruto puede detectarse una pequeña cantidad de *tert*-butanol sin reaccionar. Después de la destilación se detectan muy pocos subproductos (< 5%). Durante la reacción se forma una pequeña cantidad de isobuteno.

Manejo de residuos**Eliminación de residuos**

Resíduo	Eliminación
fases acuosas	mezcla de disoluciones acuosas, conteniendo halógenos
resíduo de destilación	disolventes orgánicos, conteniendo halógenos
sulfato sódico	resíduos sólidos, libres de mercurio

Tiempo

4 horas

Pausa

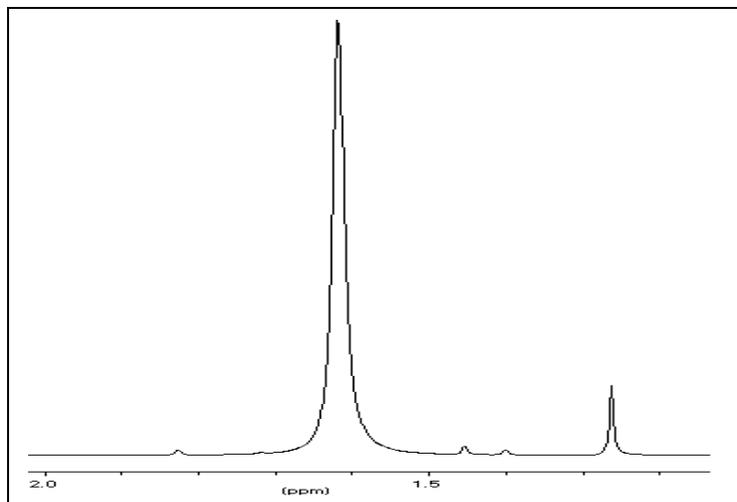
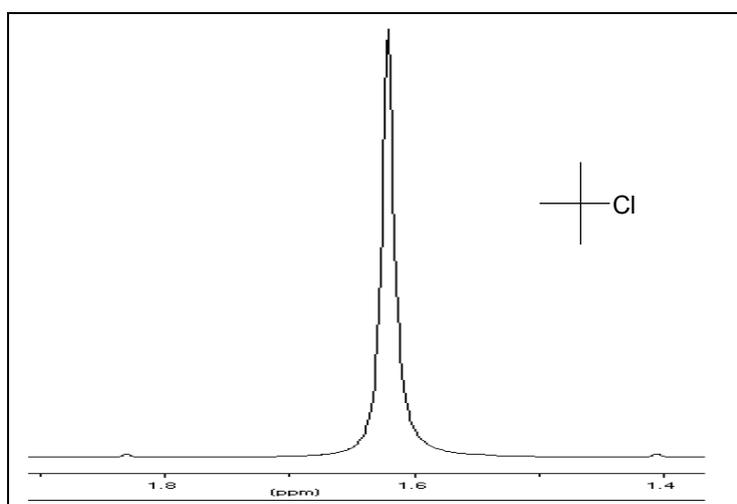
Antes de la destilación

Grado de dificultad

Fácil

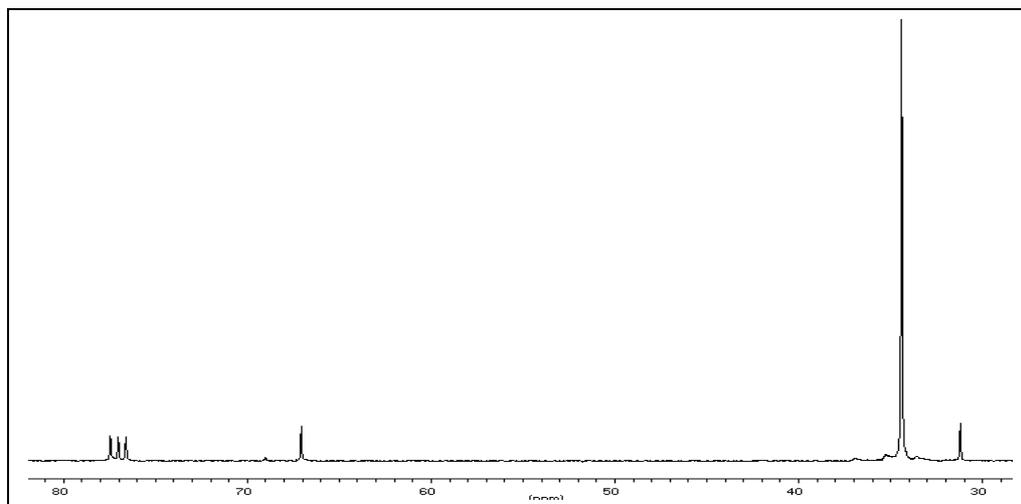
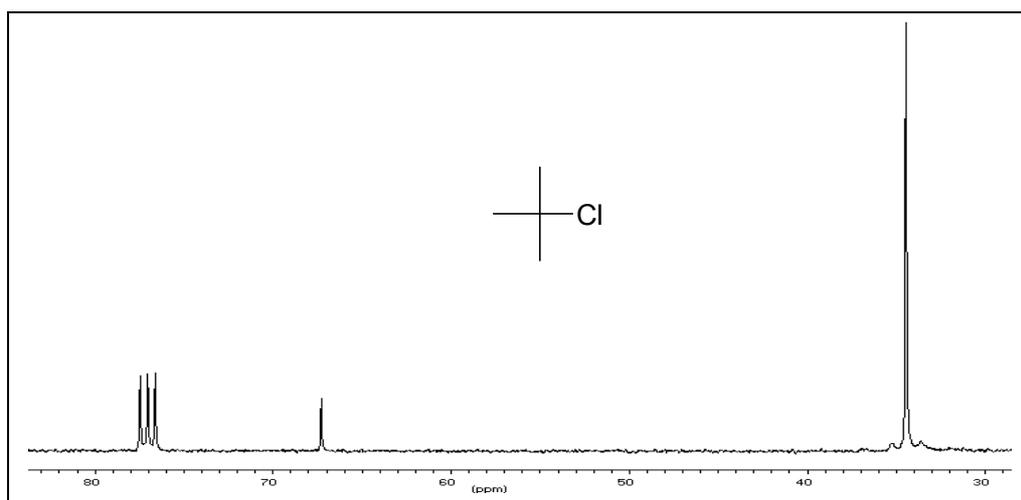
Analíticas**Monitorización de la reacción con espectroscopía IR**

Se saca de la mezcla de reacción 1 g de fase orgánica y se destila con un aparato de paso corto. El destilado se emplea sin diluir para la espectroscopía IR. La desaparición de la banda de OH en la región de 3400 cm^{-1} indica que la reacción se ha completado.

Espectro ^1H NMR del producto bruto (300 MHz, CDCl_3)**Espectro ^1H NMR del producto puro (300 MHz, CDCl_3)**

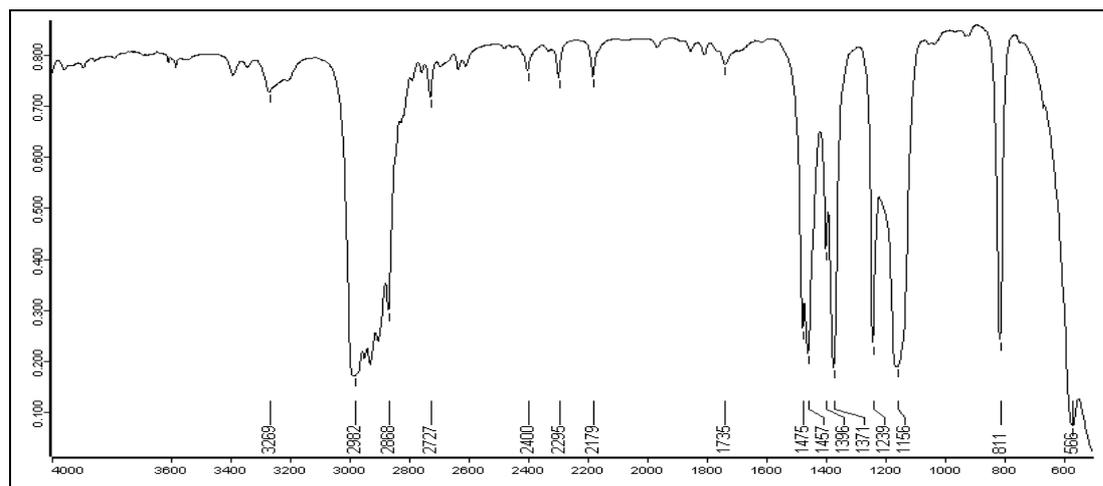
δ (ppm)	Multiplicidad	Número de H	Asignación
1,62	s	9	CH_3

El espectro ^1H NMR del producto bruto presenta una señal a 1.27 ppm de los grupos metilo de *tert*-butanol.

Espectro ^{13}C NMR del producto bruto (75,5 MHz, CDCl_3)**Espectro ^{13}C NMR del producto puro (75.5 MHz, CDCl_3)**

δ (ppm)	Asignación
67,25	C- CH_3
34,43	CH_3
76,5-77,5	disolvente

El espectro ^{13}C NMR del producto brto presenta una señal a 31,3 ppm de los grupos metilo del *tert*-butanol.

Espectro IR del producto puro (film)cm⁻¹

(cm ⁻¹)	Asignación
2982, 2868	tensión C-H, alcano
1457	deformación C-H
811	tensión C-Cl