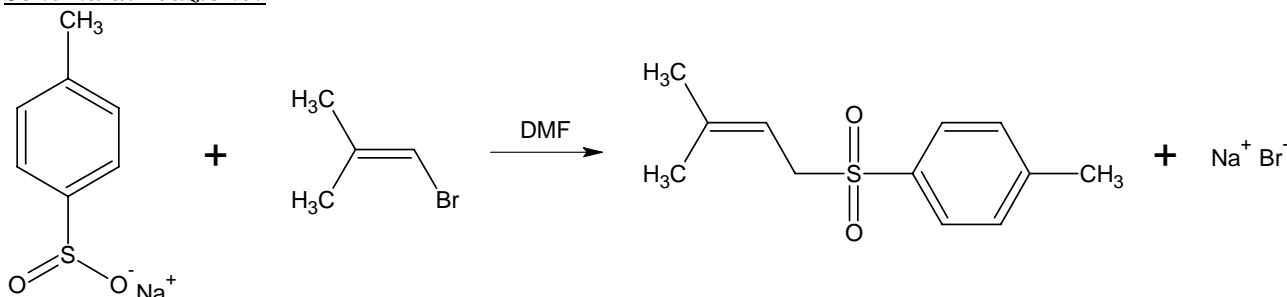


### Sintesi del 3-metil-2-butenil p-tolilsolfone

Schema di reazione:



Reagente	PM [g/mol]	mmol	g	d [g/ml]	ml	R	S
p-toluensolfonato di sodio	178,2	89,66	15,9776				S22-24/25
(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> C=CHCH <sub>2</sub> Br	149	57,56	8,576	1,28	6,7	R11-36/37/38	S16-26-36
DMF	73,1				59,2	R61-20/21-36	S53.1-45

Descrizione della reazione:

In un pallone a due colli da 100 ml dotato di ricadere a bolle ed imbuto gocciolatore, posto sotto agitazione magnetica, vengono inseriti 15,9776 g di p-toluensolfonato di sodio e 59,2 ml di DMF.

A questa sospensione, in 10 minuti, sotto agitazione, vengono aggiunti goccia a goccia mediante imbuto gocciolatore, 6,7 ml di bromuro allilico ottenendo una soluzione giallina.

Si sostituisce l'imbuto gocciolatore con un termometro e si porta il tutto ad una temperatura che varia dai 76 agli 85°C con bagno d'acqua, mantenendo sempre l'agitazione magnetica, per 2 ore.

Si esegue una TLC per verifica di avvenuta reazione che viene sviluppata in camera di iodio.

Eluente: Acetato di etile/cloruro di metilene 1:1

R<sub>f</sub> solfone: 0,85

Si versa quindi la miscela calda in 250 ml di acqua e si agita con una bacchetta di vetro solubilizzando l'NaBr che si è formato nel corso della reazione, portando in soluzione la DMF e agevolando la precipitazione del solfone che viene separato mediante filtrazione su buchner (il solido bianco cristallino viene lavato due volte con le acque madri).

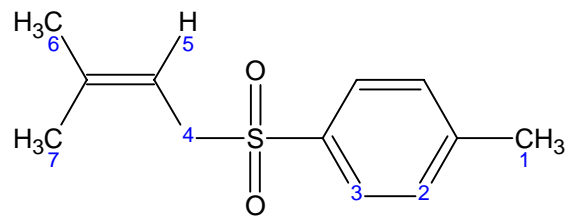
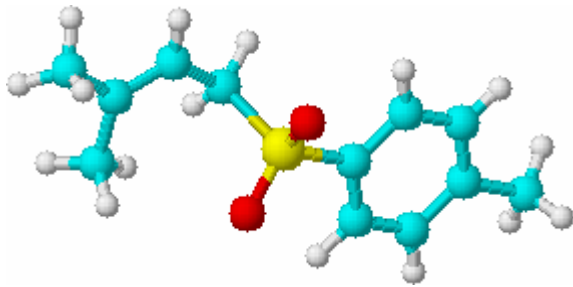
Si registrano poi uno spettro IR ed un <sup>1</sup>HNMR in CDCl<sub>3</sub>.

Risultati:

Sono stati ottenuti 10,0485 g di solfone pari a  $\frac{10048,5 \text{ mg}}{225 \text{ mg/mmol}} = 44,66 \text{ mmol}$ .

La resa si calcola rispetto al bromuro allilico ed è  $\frac{44,66 \text{ mmol}}{57,56 \text{ mmol}} \cdot 100 = 77,6\%$ .

Il punto di fusione del solfone è 82,8°C.



3-metil-2-butenil p-tolilsolfone

Interpretazione spettri:

- Spettro IR

2923	Stretching $\text{CH}_2$ nujol
1600	Stretching $\text{C}=\text{C}$
1376 1302	Stretching $\text{S}=\text{O}$
744	Benzene paradisostituito

- Spettro  $^1\text{H}$ NMR

1,28	$\text{CH}_3$ (7)
1,64	$\text{CH}_3$ (6)
2,44	$\text{CH}_3$ (1)
3,76	$\text{CH}_2$ (4)
5,15	$=\text{C}-\text{H}$ (5)
7,32	Parte a campi bassi di un sistema AB dovuto all'anello aromatico paradisostituito
7,73	Parte a campi alti di un sistema AB dovuto all'anello aromatico paradisostituito