

41  
2ef.



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA  
DE MEXICO

FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES

CUAUTITLAN



# "CATALISIS HETEROGENEA"

SINTESIS DE DIFENILALCANOS A PARTIR DE  
ALQUILBENCENOS UTILIZANDO ARCILLA  
BENTONITICA COMO CATALIZADOR

## INFORME SERVICIO SOCIAL

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE

QUIMICO FARMACEUTICO BIOLOGO

P R E S E N T A

## MORENO GUERRERO ENRIQUE

ASESORES: M. EN C: ENRIQUE RAMON ANGELES ANGUIANO  
DR. ROBERTO MARTINEZ

CUAUTITLAN IZCALLI, EDO. DE MEXICO

DICIEMBRE 1994

TESIS CON  
FALLA DE ORIGEN



Universidad Nacional  
Autónoma de México



## **UNAM – Dirección General de Bibliotecas Tesis Digitales Restricciones de uso**

### **DERECHOS RESERVADOS © PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis está protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.



UNIVERSIDAD NACIONAL  
AVENIDA DE  
MEXICO

FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLAN  
UNIDAD DE LA ADMINISTRACION ESCOLAR  
DEPARTAMENTO DE EXAMENES PROFESIONALES

U. N. A. M.  
FACULTAD DE ESTUDIOS  
SUPERIORES CUAUTITLAN



Departamento de  
Exámenes Profesionales

ASUNTO: VOTOS APROBATORIOS

DR. JAIME KELLER TORRES  
DIRECTOR DE LA FES-CUAUTITLAN  
P R E S E N T E .

AT'N: Ing. Rafael Rodríguez Ceballos  
Jefe del Departamento de Exámenes  
Profesionales de la F.E.S. - C.

Con base en el art. 28 del Reglamento General de Exámenes, nos permitimos comunicar a usted que revisamos el trabajo Informe de Servicio Social: "Catálisis Heterogénea".

"Síntesis de difenilalcanos a partir de alquibencenos utilizando arcilla bentonítica como catalizador".

que presenta el pasante: Enrique Moreno Guerrero

con número de cuenta: 8604149-8 para obtener el TITULO de:  
Químico Farmacéutico Biólogo

Considerando que dicho trabajo reúne los requisitos necesarios para ser discutido en el EXAMEN PROFESIONAL correspondiente, otorgamos nuestro VOTO APROBATORIO.

A T E N T A M E N T E .

"POR MI RAZA HABLARA EL ESPIRITU"

Cuautitlán Izcalli, Edo. de Méx., a 05 de Septiembre de 1994.

PRESIDENTE	M. en C. René Miranda Ruvalcaba	_____
VOCAL	M. en C. Enrique Angeles Anguiano	_____
SECRETARIO	M. en C. Guillermo Penieres Carrillo	_____
1er. SUPLENTE	M. en C. José Luis Arias Tellez	_____
2do. SUPLENTE	Q.F.B. Brígida del Carmen Camacho Enriquez	_____

*[Firma manuscrita]*  
*[Firma manuscrita]*  
*[Firma manuscrita]*  
*[Firma manuscrita]*  
*[Firma manuscrita]*

**Este trabajo se realizó en el Laboratorio de Investigación L-121 de la Sección de Química Orgánica en la Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán (UNAM), en colaboración con el Instituto de Química (UNAM), bajo la asesoría del M. en C. Enrique Angeles Anguiano y del Dr. Roberto Martínez.**

**Se agradece de manera muy especial a la DGAPA por el apoyo brindado para la realización de este trabajo en el proyecto IN-300293**

**Este trabajo de tesis esta dedicado a:**

**mis padres**

**Enrique Moreno y Ana María Guerrero**

**Por sus esfuerzos y sacrificios que realizaron  
para la culminación de este.**

**mis hermanos.**

**Cesar, Anita, Rocio, Lourdes, Victor, Esperanza y Herlinda.**

**Por su confianza depositada en mi.**

**Ivonne Roa**

**Por su comprensión y apoyo.**

**GRACIAS**

Con agradecimiento especial al M. en C. Enrique Angeles Anguiano por su amistad y confianza desinteresada depositada en mi.

A todos los profesores y compañeros de la Sección de Química Orgánica.

Así como a mis amigos de generación con los que he vivido momentos inolvidables: Nacho, Beto, Checo, Alma, Gaby, Vero, Julio, Martha, etc.

Y finalmente a los compañeros de grupo: Mica, Ber, Sergio, Cuellar y Claudia.

## ***CONTENIDO***

## **CONTENIDO**

<b>I.</b>	<b>INTRODUCCIÓN.</b>	<b>1</b>
<b>II.</b>	<b>GENERALIDADES.</b>	<b>3</b>
	II. 1. CATÁLISIS.	3
	II. 2. BENTONITA.	4
	II.3. MONTMORILLONITA.	4
	II.4. ESTRUCTURA DE LA MONTMORILLONITA.	5
	II.5. USOS DE LA BENTONITA.	6
	II.6. SUSTITUCIÓN ELECTROFÍLICA AROMÁTICA.	7
<b>III.</b>	<b>MÉTODOS COMUNES PARA LA OBTENCIÓN DE DIFENILETANOS Y DIFENILMETANOS.</b>	<b>8</b>
	III.1. USOS DE DIFENILETANOS Y DIFENILMETANOS.	12
<b>IV.</b>	<b>DESARROLLO EXPERIMENTAL.</b>	<b>13</b>
<b>V.</b>	<b>RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS.</b>	<b>15</b>
	V.1. TABLA DE RENDIMIENTOS.	18
	V.2. ANÁLISIS ESPECTROSCÓPICO	19
<b>VII.</b>	<b>CONCLUSIONES.</b>	<b>21</b>
<b>VIII.</b>	<b>ESPECTROSCOPIA.</b>	<b>23</b>
<b>VIII.</b>	<b>REFERENCIAS.</b>	<b>41</b>

# ***INTRODUCCIÓN***

## I. INTRODUCCIÓN

En el desarrollo tecnológico del mundo actual, el estudio de los compuestos orgánicos es importante por sus aplicaciones directas y potenciales. Su conocimiento no sólo interesa a quienes se dedican a la química pura o a la química aplicada, sino que forma parte del caudal de conocimientos necesarios para profesionales en distintos ramos de la tecnología moderna, la ingeniería bioquímica, de los alimentos, la ambiental, etcétera.

Gran parte de la producción de los compuestos químicos descritos en la actualidad pasan por una serie de procesos catalíticos, en los cuales los catalizadores inorgánicos y orgánicos juegan un papel primordial. En la mayoría de estos procesos, se emplean como catalizadores una serie de sistemas complejos, constituidos por uno o varios componentes activos, depositados sobre sistemas inertes en mayor o menor grado. El empleo de catalizadores soportados, resulta generalmente ventajoso, por cuanto los componentes activos pueden manifestar nuevas propiedades catalíticas que favorezcan tanto a la selectividad como a la velocidad de reacción; sin duda alguna una de las razones más importantes para el uso de los catalizadores soportados es el que los componentes activos (metales u óxidos metálicos) conservan su actividad catalítica específica, característica del componente en su estado puro y que, convenientemente depositados, aumentan en varias veces el valor de su superficie activa, debido posiblemente a la textura del soporte. Esta situación debe tomarse en cuenta sobre todo cuando los componentes son metales preciosos<sup>(1)</sup>.

Por otra parte, cuando se utilizan como soportes alúmina, sílice, aluminatos amorfos o cristalinos y carbón, hay una mejor disipación del efecto térmico de la reacción, que retarda el proceso de cristalización de la fase activa. Además, los catalizadores soportados tienen una mayor estabilidad, lo cual aunado, a los argumentos antes mencionados, redonda en un aumento de la vida útil de un catalizador<sup>(2)</sup>.

De esta manera una de las tareas fundamentales de los grupos de investigación en sus diversas disciplinas es el de disminuir el costo, que en la actualidad alcanza unos miles de dólares<sup>(1)</sup>, de los procesos catalíticos en la producción de los diversos productos químicos que tengan un impacto en el mercado; por lo tanto, cualquier técnica que racionalice y optimice las rutas sintéticas de productos químicos es bienvenida, ya que reduce considerablemente el impacto económico en el área de catálisis. Es por esto, que el objetivo de este trabajo es mostrar una extensión a la síntesis de difenilalcanos y verificar la consistencia del método en la obtención de derivados de alquilbencenos de cadena lineal utilizando como catalizador una arcilla bentonítica.

# ***GENERALIDADES***

## II. GENERALIDADES

### II.1. CATÁLISIS.

El término catálisis fue introducido por primera vez en 1836 por Berzelius al tratar de describir una "fuerza" que dirigía una reacción química en presencia de ciertas sustancias que aparentemente no tomaban parte de ella<sup>(3)</sup>.

En la actualidad se distinguen tres tipos de catálisis<sup>(4)</sup>.

- Catálisis Homogénea: En donde el catalizador tiene la misma forma física que los reactantes.
- Catálisis Heterogénea: En la que el catalizador no está en el mismo estado físico que los reactantes.
- Catálisis Enzimática: En donde las proteínas (enzimas) producidas por las células regulan la rapidez y especificidad de las reacciones químicas intracelulares.

Entre ellas la más utilizada en los procesos industriales es la catálisis heterogénea en la que uno de los reactantes se une a la superficie del catalizador por un proceso denominado "quimisorción" o fisisorción (dependiendo de la naturaleza de interacción de los sustratos y catalizador) lo que permite que los compuestos reaccionen con una energía de activación menor<sup>(5)</sup>.

Un catalizador es una sustancia que acelera u orienta una reacción química, sin modificar la posición de equilibrio, sólo aumentando la rapidez para alcanzar el equilibrio<sup>(4)</sup>. Existen dos clases de catalizadores, fundamentados en el tipo de catálisis presentada, catalizadores homogéneos y catalizadores heterogéneos.

Los catalizadores heterogéneos se clasifican en dos grupos de acuerdo a las características de las fases activas que los componen. En el primero se encuentran elementos o compuestos con propiedades de conductores electrónicos (metales y semiconductores que comúnmente dan lugar durante el proceso catalítico a la formación de especies de tipo radical), mientras que en el segundo se encuentran compuestos carentes de electrones libres (que generalmente originan especies del tipo iónico)<sup>(6)</sup>.

## II.2. BENTONITA.

La bentonita es todo aquel suelo que contiene más del 50% de minerales del grupo de las montmorillonitas, estando presentes otros minerales como la illita y la caolinita<sup>(7)</sup> entre otros. Varía en color que va desde blanco a gris, amarillo, verde, azul y negro, siendo más abundante la de color amarillo verdoso y que tiene una apariencia encerada<sup>(8)</sup>.

Las propiedades individuales de la bentonita varían de manera significativa y no todas tienen usos comerciales, de manera que sólo algunas de ellas suelen tener usos muy específicos. Así, las bentonitas con montmorillonita baja en hierro son requeridas para la manufactura de catalizadores y las bentonitas que son utilizadas como decolorantes son aquellas que usualmente contienen calcio y/o magnesio como cationes intercambiables<sup>(7)</sup>.

La composición y cantidad de montmorillonita varía notablemente en las diferentes bentonitas, puede ser dentro de la estructura de la montmorillonita o en el tipo de cationes intercambiables que posea dentro de su estructura.

## II.3. MONTMORILLONITA.

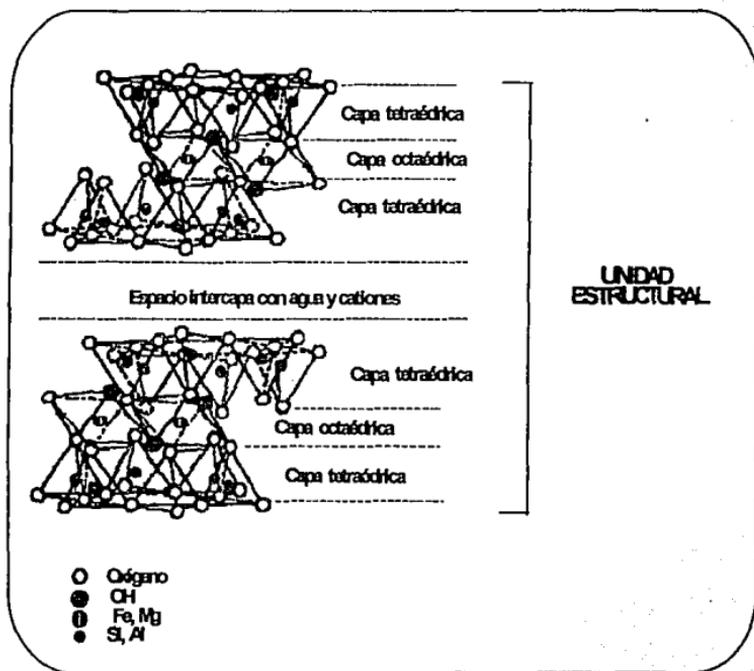
El término montmorillonita es usado para definir minerales arcillosos con estructura expansiva, además de ser el nombre de un mineral específico<sup>(7)</sup>. La montmorillonita es un hidroxialuminosilicato ( $Al_2Si(OH)_2$ ) de varias capas tetraédricas de silicio unidas de oxígeno y una capa de aluminio octaédrica también rodeada de oxígeno y entre cada capa de aluminosilicato suelen quedar intercaladas moléculas de agua.

Tomando en consideración el reemplazo de algunos iones de  $Al^{3+}$  de cada capa por iones  $Ca^{2+}$  y  $Fe^{2+}$ , debe esperarse que se manifieste una carga negativa, la cual se encuentra neutralizada por cationes que generalmente suelen ser de metales alcalinos y/o alcalino térreos y, por lo tanto; se encuentran entre las cargas negativas de las diferentes capas dando por consecuencia la conexión entre estas últimas. Un cristal normalmente contiene nueve capas de hidroxialuminosilicato<sup>(9)</sup>

Figura 1.

II.4. FIGURA 1.

ESTRUCTURA DE LA MONTMORILLONITA



## II.5. USOS DE LAS BENTONITAS.

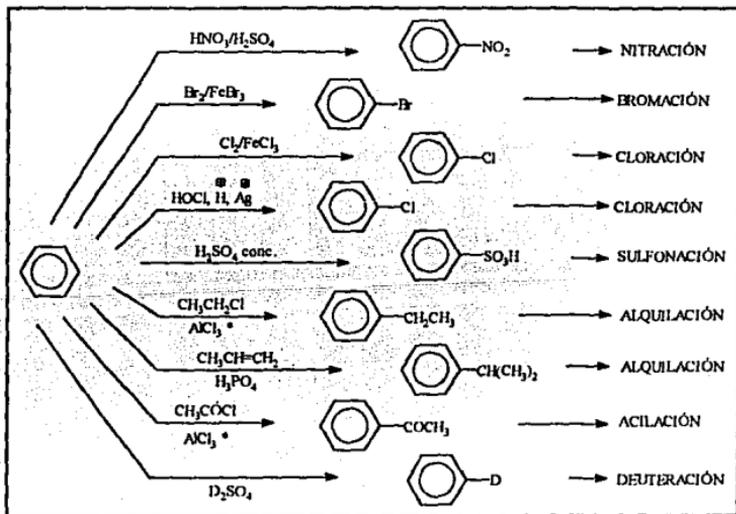
En el año de 1943 se describió que ciertas arcillas, entre las que se encuentra a la bentonita, son usadas como catalizadores en la pirólisis del petróleo<sup>(10)</sup>. Posteriormente se publica que existe relación entre el grado y la forma de activación de la bentonita y su función catalítica en reacciones orgánicas, por ejemplo, Se menciona que el tratamiento de arcillas naturales con ácidos (sulfúrico, clorhídrico, fluorhídrico, fosfórico, acético glacial ) promueve la activación catalítica de estas arcillas dando buen resultado en reacciones de esterificación, eterificación e hidratación. <sup>(11,12)</sup> .

En 1967 se describe un método de preparación de compuestos hidroxiaromáticos alquilsustituídos en donde se uso bentonita como catalizador<sup>(13)</sup>. Para 1976 se realizó un estudio en relación con la activación y no activación de la bentonita, observándose que en reacciones de deshidratación de alcoholes la activación de la bentonita proporciona mayores rendimientos<sup>(14)</sup>. De manera muy relacionada Labiad y cols. encuentran que la montmorillonita KSF, un tipo de los componentes principales de una bentonita posee propiedades de ácido de Lewis, es un catalizador muy adecuado en la síntesis de reactivos tio-orgánicos<sup>(15)</sup>. Así mismo en 1990 Salmón M. y cols. describen la síntesis de *o* y *p* feniltolilmetanos utilizando una bentonita como catalizador<sup>(16)(17)</sup> .

## II.6. SUSTITUCIÓN ELECTROFÍLICA AROMÁTICA.

Los principales tipos de reacción que se presentan en un anillo aromático son: reacciones de sustitución, de adición y oxidación<sup>(18)</sup>; de éstas, las más comunes son las reacciones de sustitución electrofílica, debido a la alta densidad electrónica presente en el anillo aromático, lo cual hace posible atraer a las especies electrofílicas.

Las reacciones de sustitución típicas en el benceno se enlistan en el siguiente esquema:

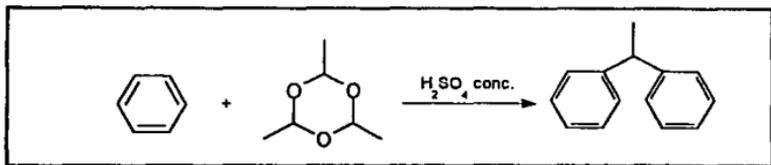


\* Además del  $\text{AlCl}_3$ , se emplean otros tipos de catalizadores, como  $\text{FeCl}_3$ ,  $\text{PCl}_3$ ,  $\text{BF}_3$ ,  $\text{ICl}_3$ ,  $\text{GaBr}_3$ ,  $\text{SnCl}_4$ ,  $\text{TiCl}_4$ ,  $\text{SbF}_5$ , etcétera

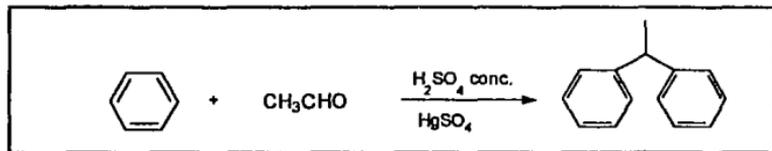
**MÉTODOS COMUNES PARA LA  
OBTENCIÓN DE DIFENILETANOS Y  
DIFENILMETANOS**

### III. MÉTODOS COMUNES PARA LA OBTENCIÓN DE DIFENILETANOS Y DIFENILMETANOS

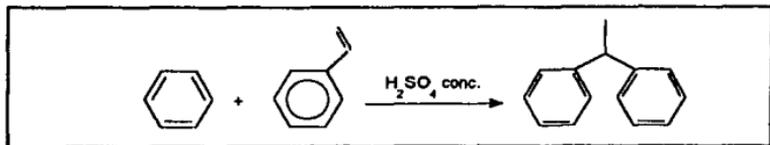
Baeyer<sup>(19)</sup> en 1874 fue el primero en sintetizar difeniletanos a partir de benceno, paraldehído y ácido sulfúrico concentrado.



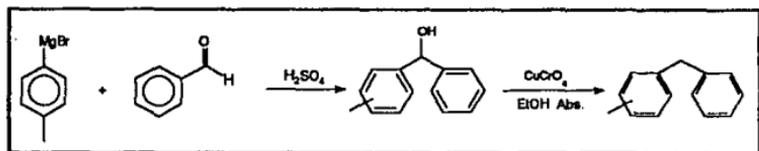
Posteriormente Reichert<sup>(20)</sup> modifica esta técnica y sustituye el paraldehído por acetaldehído e introduce sales de mercurio como catalizador.



Spilker<sup>(21)</sup> utiliza el benceno y estireno para la obtención de difenilmetano.

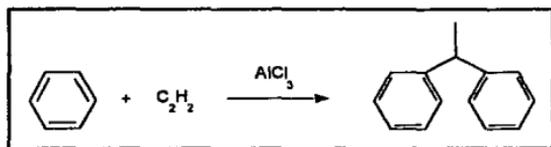


Por su parte Mascarelli<sup>(22)</sup> y Lamneck<sup>(23)</sup> forman metilbenzidrol y posteriormente con una reducción obtienen los isómeros del *o* y *p*-metildifenilmetanos.

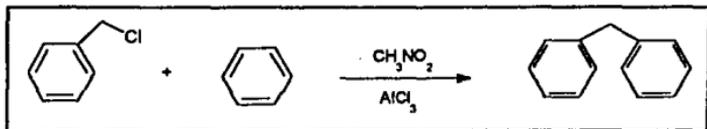


Así mismo el empleo de catalizadores fue tomando auge, por ejemplo:

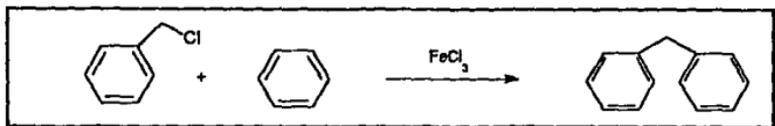
Nozu<sup>(24)</sup>.



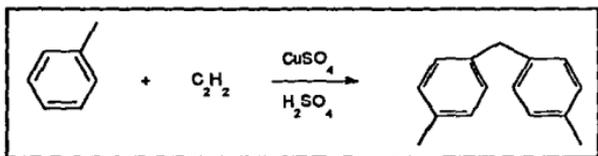
Olah<sup>(25)</sup>.



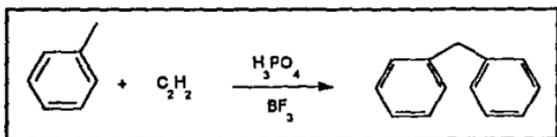
Abdurasuleva(26).



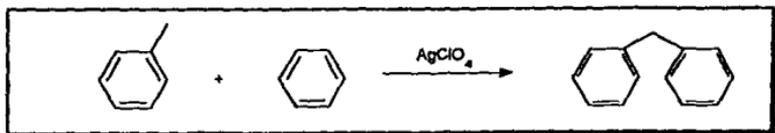
Sturrock(27) y Smolin(28).



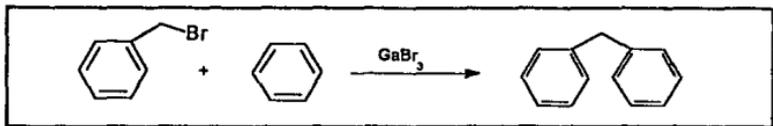
Vaiser(29).



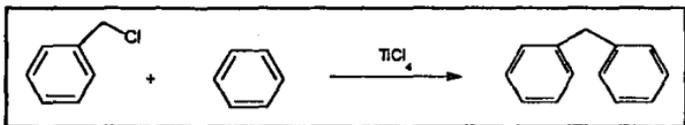
Burton(30).



Brown(31).



De Haan (32, 33).



### III.1. USOS DE DIFENILETANOS Y DIFENILMETANOS.

USO	REFERENCIA
Aditivos para combustibles de aviones.	(34)(35)(36)(37)
Materia prima para la producción de pesticidas y herbicidas.	(38)
Insecticida a base de 25 % de difeniletano y queroseno blanco.	(39)
Materia prima para la elaboración de jabones.	(40)
Materia prima para la elaboración de bactericidas.	(41)
Materia prima en la producción de antraquinonas.	(42)(43)(44)
Aceites aislantes para equipo eléctrico sujeto a alto voltaje.	(45)(46)
Materia prima para la elaboración de cianocompuestos.	(47)

***DESARROLLO  
EXPERIMENTAL***

#### IV. DESARROLLO EXPERIMENTAL

La pureza de los productos y el desarrollo de las reacciones se siguió por medio de cromatoplaques de sílica gel (DC-Alufolien Kieselgel 60); utilizándose como reveladores sulfato cérico al 1% en  $H_2SO_4$  1N, vapores de yodo y luz ultra violeta.

Las cromatografías en columna se realizaron con gel de sílice de tamaño de partícula de 0.2-0.5 milímetros (35-70 mallas), utilizando como eluyente diferentes proporciones de *n*-hexano-acetato de etilo.

Los productos de reacción fueron caracterizados por métodos espectroscópicos comunes. Los espectros de masas (EM-IE) se determinaron en un espectrómetro Hewlett Packard 5985 -B a 70 eV., los espectros de resonancia magnética nuclear de hidrógeno (RMN- $H^1$ ) se registraron en un aparato Varian FT-80 a 200 MHz, los desplazamientos químicos ( $\delta$ ) están dados en partes por millón y los patrones de acoplamiento se indican como: s= señal simple y m= señal múltiple, los espectros de infrarrojo se adquirieron en un aparato Perkin Elmer 283 y Nicolet FT 55K.

#### SÍNTESIS DE 1-FENIL, 1(*p*-ETILFENIL) ETANO.

**Bromación.-** En un matraz redondo de 100 ml se colocan 50 ml de etilbenceno, posteriormente se le agregan 0.5 g de bentonita, previamente activada a 150 °C durante 24 horas. La mezcla se mantiene a temperatura ambiente y con agitación magnética agregándole gota a gota 3.16 g de bromo. Inmediatamente se observa un desprendimiento notable de bromuro de hidrógeno mientras que se hace un seguimiento de la reacción por cromatografía en capa fina hasta que concluya el desprendimiento de gases y se observe la formación de productos. La mezcla de reacción se suspende en *n*-hexano y se filtra a presión reducida a través de cérita. La solución obtenida se concentra, se divide en dos porciones y se trata de la siguiente manera

a) La primera porción se purifica por medio de cromatografía en columna utilizando como eluyente al *n*-hexano, obteniendo el producto I, el cual es caracterizado por los métodos espectroscópicos comunes: Resonancia Magnética Nuclear de Hidrogeno. Infrarrojo y Espectrometría de Masas.

b) La segunda porción se coloca en un matraz redondo de 50 ml y se le adicionan 0.25 g de bentonita activada, se mantiene en agitación magnética y a temperatura de reflujo por dos horas, haciendo el seguimiento de la reacción por cromatografía en capa fina. Al observarse la desaparición del producto 1 se detiene la reacción, se suspende en *n*-hexano y se filtra a presión reducida a través de céfita. La solución obtenida se concentra y purifica por cromatografía en columna utilizando *n*-hexano como eluyente obteniendo el producto 2 el cual se caracteriza por los métodos espectroscópicos.

Esta misma técnica se emplea para la síntesis de: 1-fenil, 1(*p*-metilfenil) metano y 1-fenil, 1(*p*-pentilfenil) pentano. utilizando el alquilbenceno correspondiente en exceso como disolvente.

**Cloración.-** En un matraz redondo de 250 ml con tres bocas se colocan 60 ml de etilbenceno, y se le agregan 0.8 g de bentonita activada. La mezcla de reacción se somete a agitación magnética a temperatura de reflujo.

Por otra parte, se prepara en un matraz redondo de 100 ml una mezcla de  $\text{KMnO}_4$  y  $\text{NaCl}$ , manteniéndola con agitación magnética y agregándole gota a gota  $\text{H}_2\text{SO}_4$  hasta producir cloro el cual es burbujeadó al matraz que contiene el compuesto aromático y la arcilla.

La mezcla de reacción se burbujea por espacio de una hora, haciendo un seguimiento de esta por cromatografía en capa fina.

Después la mezcla de reacción se suspende en *n*-hexano y se filtra a presión reducida a través de céfita. Esta se concentra y los productos obtenidos se purifican por destilación fraccionada y se caracterizan por espectroscopia.

***RESULTADOS Y  
ANÁLISIS DE  
RESULTADOS***

## V. RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS.

De acuerdo al análisis de los espectros obtenidos se observa que en todas las reacciones primeramente ocurre la formación de un producto mono bromado en la posición bencílica del alquilbenzeno correspondiente, y cuya producción se puede considerar vía radicales libres.

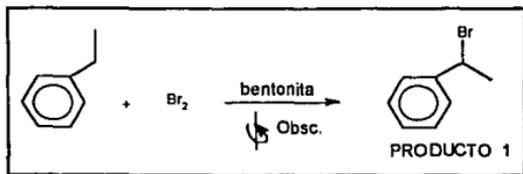
Estos radicales libres son formados a través de bromo molecular promovidos por la arcilla bentonítica, lo cual se comprobó mediante la adición de hidroquinona a la mezcla de reacción<sup>(16)</sup> y al elaborar la reacción sin utilizar arcilla bentonítica, se observa una inhibición total de la mezcla de reacción.

Posteriormente procede la formación del dímero entre una molécula del producto monobromado y una molécula del alquilbenzeno, que de acuerdo a las propiedades ácidas que posee la bentonita, su carácter como ácido de Lewis se considera esta, una reacción de sustitución electrofílica aromática (SEA).

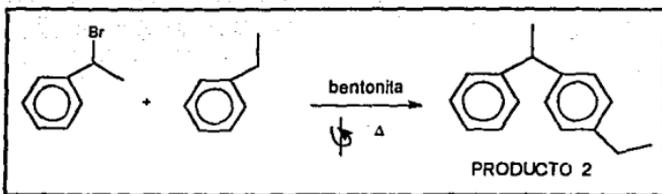
### 1.- Síntesis de 1-fenil, 1-(p-etilfenil) etano.

De esta reacción se aislaron dos productos mayoritarios:

**Bromación:** 1-bromo-1-feniletano.

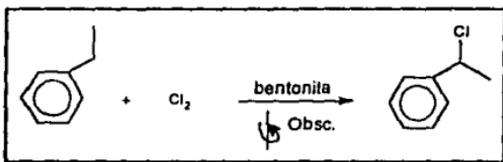


**Dimerización: 1-fenil, 1-(*p*-etilfenil) etano.**

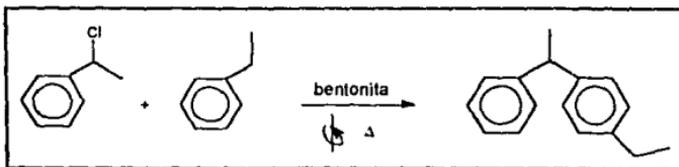


**2.- Síntesis de 1-fenil, 1-(*p*-etilfenil) etano.**

**Cloración: 1-cloro-1-feniletano.**

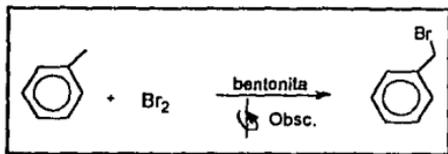


**Dimerización: 1-fenil, 1-(*p*-etilfenil) etano.**

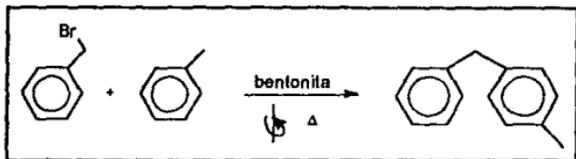


3.- Síntesis de 1-fenil, 1-(*p*-metilfenil) metano.

Bromación: 1-bromo-1-fenilmetano.

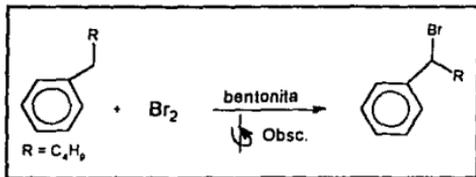


Dimerización: 1-fenil, 1-(*p*-metilfenil) metano.

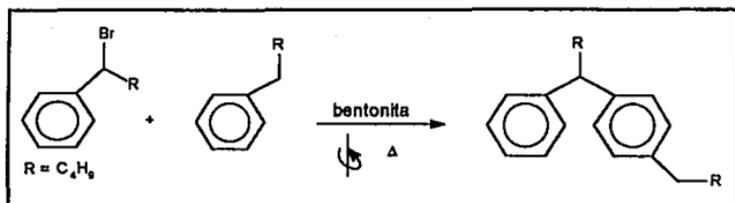


4.- Síntesis de 1-fenil, 1-(*p*-pentilfenil) pentano.

Bromación: 1-bromo-1-fenilpentano.



Dimerización: 1-fenil, 1-(*p*-pentilfenil) pentano.



**V.1.- TABLA DE RENDIMIENTOS.**

<b>SUSTRATO</b>	<b>REACCIÓN</b>	<b>RENDIMIENTO</b>
Etilbenceno	Bromación	70 %
Etilbenceno	Cloración	80 %
Metilbenceno	Bromación	70 %
Pentilbenceno	Bromación	70 %
1-bromo-1-feniletano	Dimerización	85 %
1-cloro-1-feniletano	Dimerización	85 %
1-bromo-metilbenceno	Dimerización	85 %
1-bromo-pentilbenceno	Dimerización	80 %

## V.2.- ANÁLISIS ESPECTROSCÓPICO

**1-bromo-1-fenilmetano:** Podemos observar un grupo de señales centradas en 7.35 ppm y que integra para 5H, asignadas a los hidrógenos del sistema aromático, una señal simple en 4.5 ppm asignada al metileno. En Espectrometría de Masas, se detecta el ion molecular en  $m/z$  170 con su correspondiente contribución isotópica  $M+2$ , la pérdida del átomo de Br produce  $C_7H_7$ ; fragmento en  $m/z$  91 que corresponde al pico base. Infrarrojo, película ( $cm^{-1}$ ) banda en 3022 correspondiente  $Csp_2-H$ , banda en 2957 asignada a  $Csp_3-H$ , banda en 1590 debida al enlace  $C=C$ .

**1-fenil, 1-(*p*-metilfenil) metano y 1-fenil, 1-(*o*-metilfenil) metano:** La señal múltiple centrada en 7.2 ppm se asigna a los H en el sistema aromático; por otro lado las señales simples en 3.95 ppm y 3.90 ppm así como las señales simples en 2.3 ppm y 2.2 ppm corresponden al metileno y metilo de los isómeros *o* y *p* obtenidos en el experimento, los cuales no fueron separados. La espectrometría de Masas muestra que el ion molecular  $m/z$  182 asignada también al pico base, observándose además los fragmentos en  $m/z$  167 [ $M-CH_3$ ] y  $m/z$  105 debida a [ $M-C_6H_5$ ]. Infrarrojo, película ( $cm^{-1}$ ) banda en 3031 asignada al enlace  $Csp_2-H$ , banda en 2917 para  $Csp_3-H$ , banda en 1601 asignada al enlace  $C=C$ .

**1-bromo-1-feniletano:** Se detecta en RMN- $H^1$  un grupo de señales en la región de aromáticos centrada en 7.30 ppm que integra para 5 H; cuarteto centrado en 5.2 ppm asignado al H bencilico y en 2.05 ppm una señal doble asignada al metilo. Cabe mencionar que en este espectro se detecta en pequeña escala la aparición del dímero correspondiente. Espectrometría de Masas. Se detecta en 184 el ion molecular con su correspondiente contribución isotópica en 186, el compuesto pierde bromo generando el pico base en  $m/z$  105. Infrarrojo, película ( $cm^{-1}$ ) banda en 3020 asignada  $Csp_2-H$ , banda en 2960 asignada  $Csp_3-H$ , banda en 1600 asignada al enlace  $C=C$ .

**1-fenil, 1-(*p*-etilfenil) etano y 1-fenil, 1-(*o*-etilfenil) etano:** Se manifiestan señales en 7.2 ppm asignados a los H del sistema aromático, señal cuádruple en 4.1 ppm asignada al protón

doblemente bencílico; señal cuádruple en 2.55 ppm asignada al metileno bencílico; señal doble en 1.6 ppm asignada al metilo unido al metino y finalmente señal triple en 1.2 ppm asignada al metilo unido al metileno. Espectrometría de Masas. Se detecta el ion molecular en  $m/z$  210, con una consecuente pérdida de 15 unidades de masa generándose el pico base en  $m/z$  195. Infrarrojo, película ( $\text{cm}^{-1}$ ) banda en 3020 asignada  $\text{Csp}_2\text{-H}$ , banda en 2960 asignada  $\text{Csp}_3\text{-H}$ , banda en 1600 asignada al enlace  $\text{C}=\text{C}$ .

**1-bromo-1-fenilpentano:** Podemos observar un grupo de señales contradas en 7.2 ppm asignadas a los hidrógenos del sistema aromático, señal triple en 3.83 ppm asignada al protón bencílico, señales múltiples en 1.3 ppm asignadas a los metilenos de la cadena alquímica y señal en 0.9 ppm asignada al metilo de la misma cadena alquímica. Espectrometría de Masas. Se detecta el ion molecular en  $m/z$  226 con su correspondiente contribución isotópica 228, se observa también la pérdida de la cadena alquímica  $\text{C}_4\text{H}_9$   $m/z$  169  $[\text{M}+2]$ ; fragmento en  $m/z$  91 que corresponde al pico base debido a la pérdida de bromo. Infrarrojo, película ( $\text{cm}^{-1}$ ) banda en 3022 correspondiente  $\text{Csp}_2\text{-H}$ , banda en 2957 correspondiente  $\text{Csp}_3\text{-H}$ , banda en 1590 debida al enlace  $\text{C}=\text{C}$ .

**1-fenil, 1-(*p*-pentilfenil) pentano:** La RMN-H del producto revela el grupo de señales asignadas a los H del sistema aromático en 7.15 ppm, señal triple asignada al metino doblemente bencílico, señales múltiples en 2.55 ppm, 2.00 ppm, 1.6 ppm y 1.3 ppm asignadas a los metilenos de las cadenas alquímicas y finalmente señal múltiple en 0.85 ppm asignada a los metilos de las mismas cadenas alquímicas. La Espectrometría de Masas revela el ion molecular en  $m/z$  294, la pérdida de la cadena alquímica  $\text{C}_4\text{H}_9$   $m/z$  237 produce el pico base. Infrarrojo, película ( $\text{cm}^{-1}$ ) banda en 3023 correspondiente  $\text{Csp}_2\text{-H}$ , banda en 2922 correspondiente  $\text{Csp}_3\text{-H}$ , banda en 1599 correspondiente al enlace  $\text{C}=\text{C}$ .

## ***CONCLUSIONES***

## VI. CONCLUSIONES.

- Primeramente se comprueba que la bentonita es capaz de promover la formación de halogenuros de bencilo, específicamente bromación ( Salmón M. y cols. )(16, 17) y cloración, vía radicales libres.

- De igual forma se corrobora una vez más que es un excelente catalizador del tipo ácido de Lewis en reacciones de alquilación de Friedel-Crafts, entre alquilbencenos y bromuro de bencilo, obteniendo excelentes rendimientos (80% - 85%).

- Así mismo la arcilla bentonítica (Tonsil Optimun Extra) de origen nacional presenta ciertas ventajas con respecto a otros catalizadores del tipo ácido de Lewis.

- El costo es muy bajo (Aldrich 1993).

Reactivo	Cantidad	Precio (Dólar)
Tonsil Optimun Extra	Kg	0.95
$AlCl_3$	Kg	17.80
$FeCl_3$	Kg	17.80
$PbCl_2$	100 ml	12.30
$BF_3$	100 ml	25.50
$ICl_3$	50 g	18.00
$GaCl_3$	5 g	32.50
$SnCl_4$	25 g	39.90
$TiCl_4$	100 ml	12.20

- Y se remueve fácilmente de la mezcla de reacción por filtración.

- Cabe hacer mención que el producto sintetizado (*p*-pentil-1,1-difenilpentano) no ha sido reportado en la literatura.

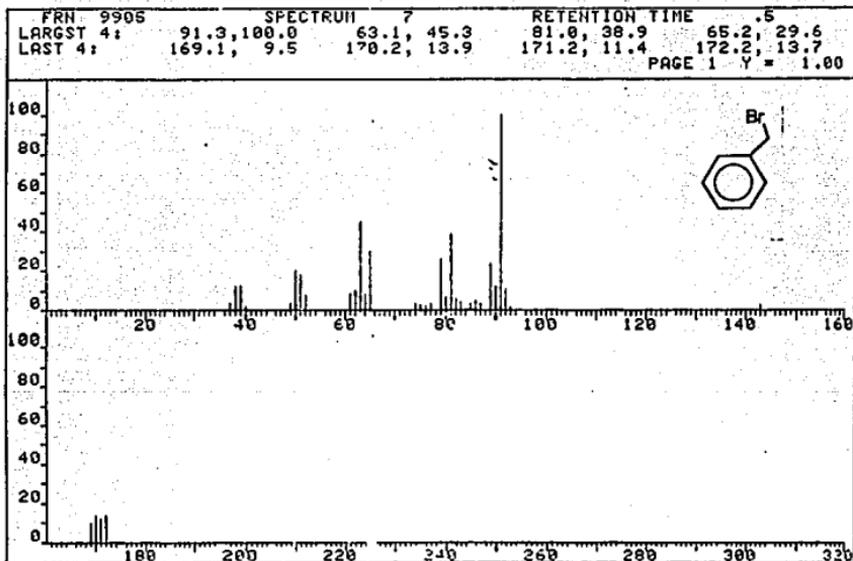
- Finalmente el uso de esta técnica dentro de la industria en general aportaría una buena alternativa para la fabricación de aditivos en motores de combustión interna, así como la utilización de nuevos derivados de difenilmetanos de cadena lineal (difeniletano, difenilpentano, etc.) debido a que presentan un alto punto de fusión.

# ***ESPECTROSCOPIA***

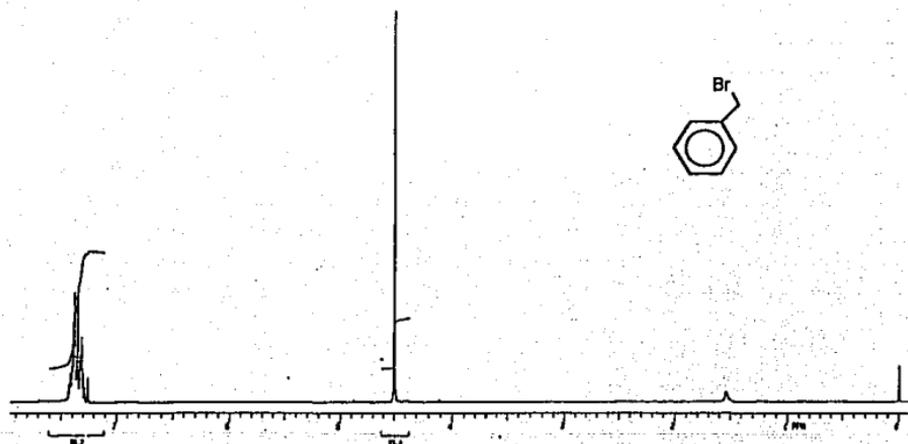
# VII. ESPECTROSCOPIA

1-bromo-1-fenilmetano

Espectrometría de Masas.

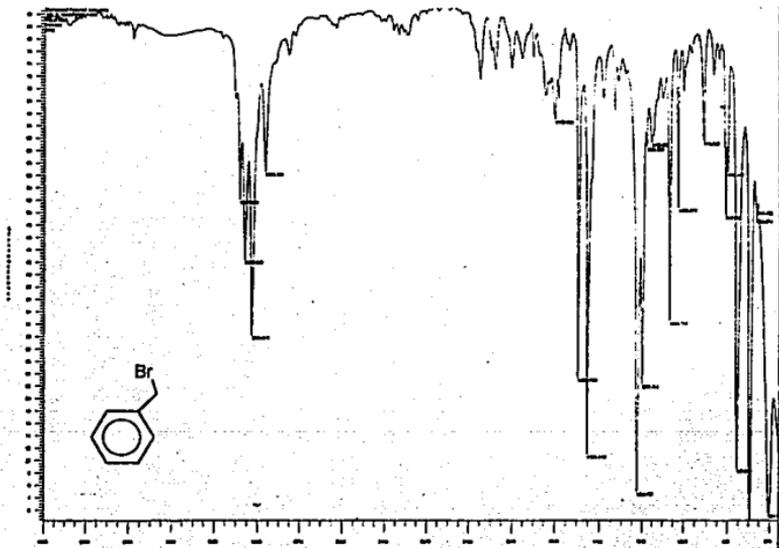


**1-bromo-1-fenilmetano**  
**Resonancia Magnética Nuclear de Hidrógeno.**



**1-bromo-1-fenilmetano**

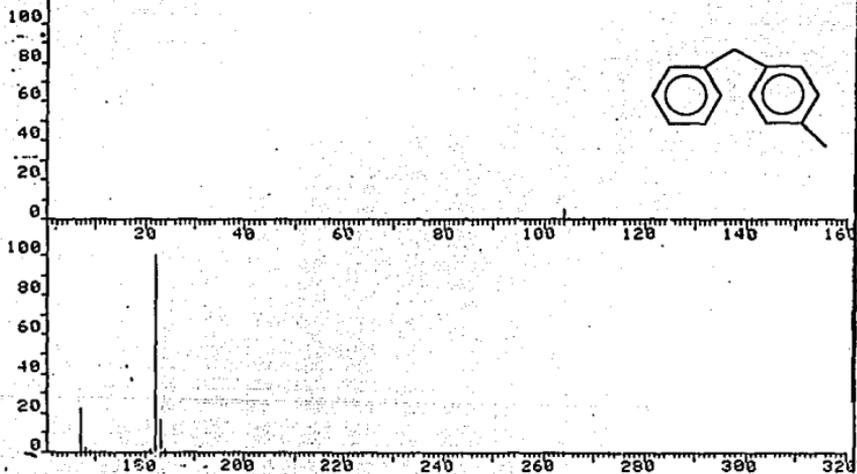
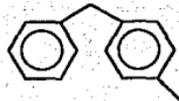
**Infrarrojo**



1-fenil, 1-(*p*-metilfenil) metano

Espectrometría de Masas.

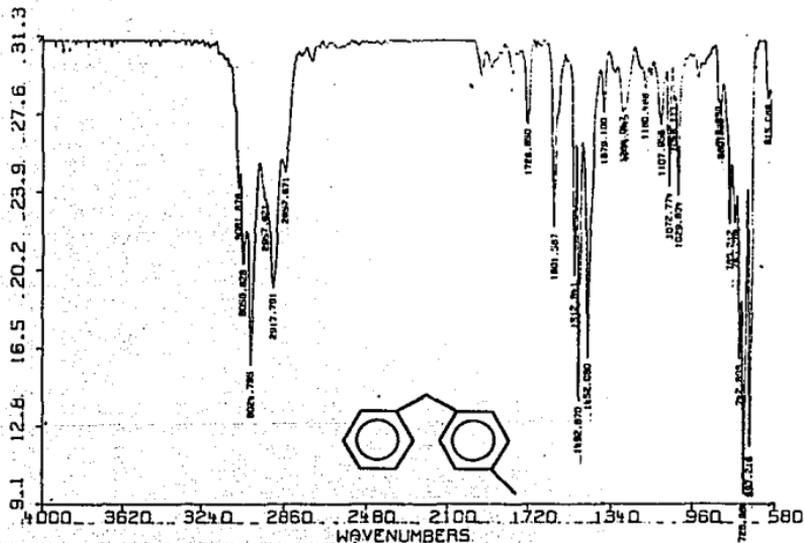
FRN 54T2. SPECTRUM 210 RETENTION TIME 14.0'  
LARGST 4: 182.1, 100.0 167.1, 21.7 183.1, 16.4 104.1, 4.9  
LAST 4: 181.1, 1.6 182.1, 100.0 183.1, 16.4 184.1, 1.0  
PAGE 1 Y = 1.00



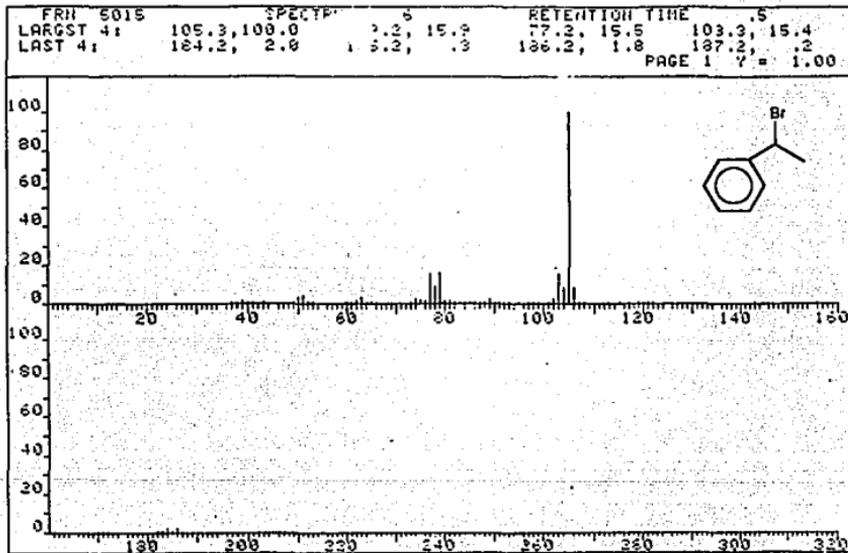


# 1-fenil, 1-(p-metilfenil) metano

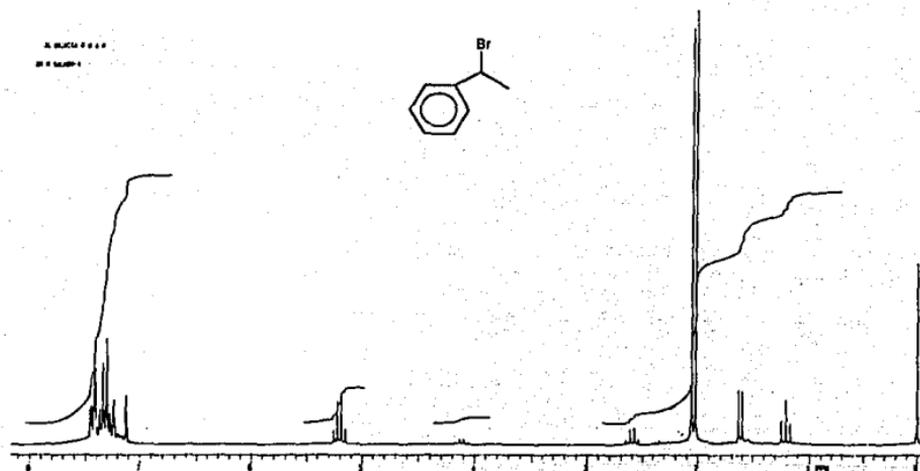
## Infrarrojo.



**1-bromo-1-feniletano**  
**Espectrometría de Masas.**

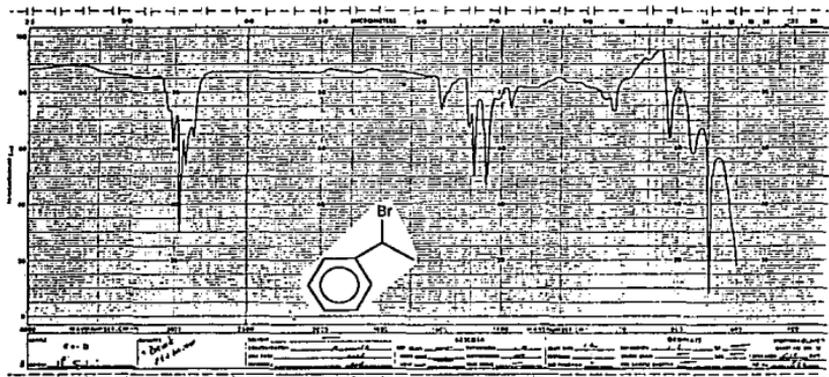


**1-bromo-1-feniletano**  
**Resonancia Magnética Nuclear de Hidrógeno.**



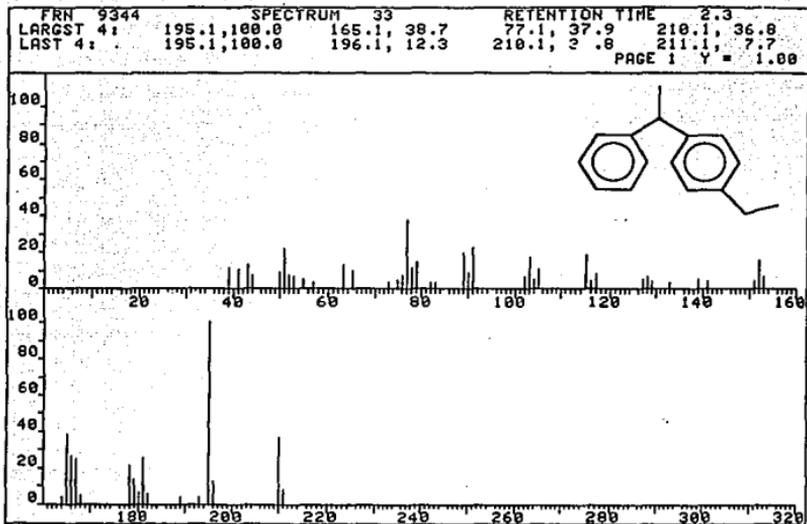
**1-bromo-1-feniletano**

**Infrarrojo.**

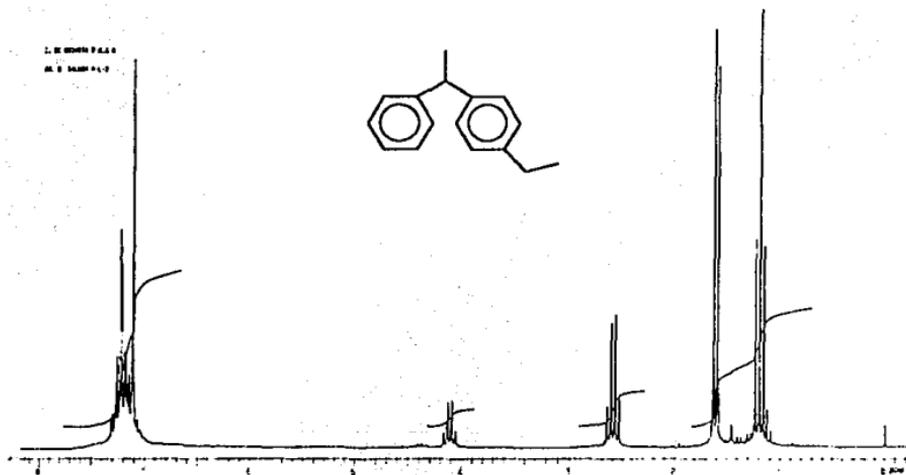


1-fenil, 1-(*p*-etilfenil) etano

Espectrometría de Masas.

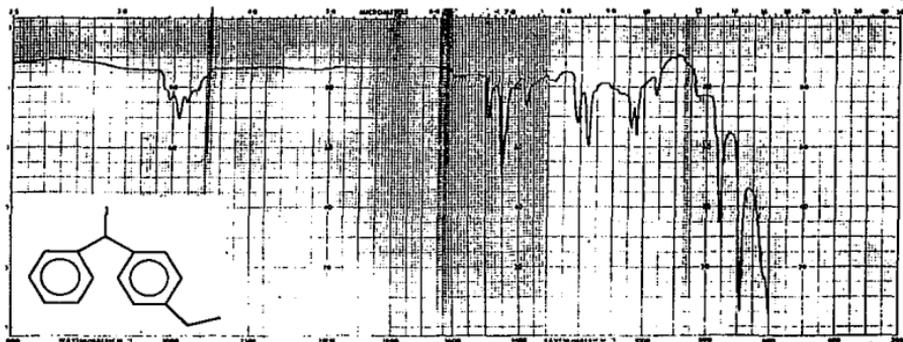


**1-fenil, 1-(p-etilfenil) etano**  
**Resonancia Magnética Nuclear de Hidrógeno.**



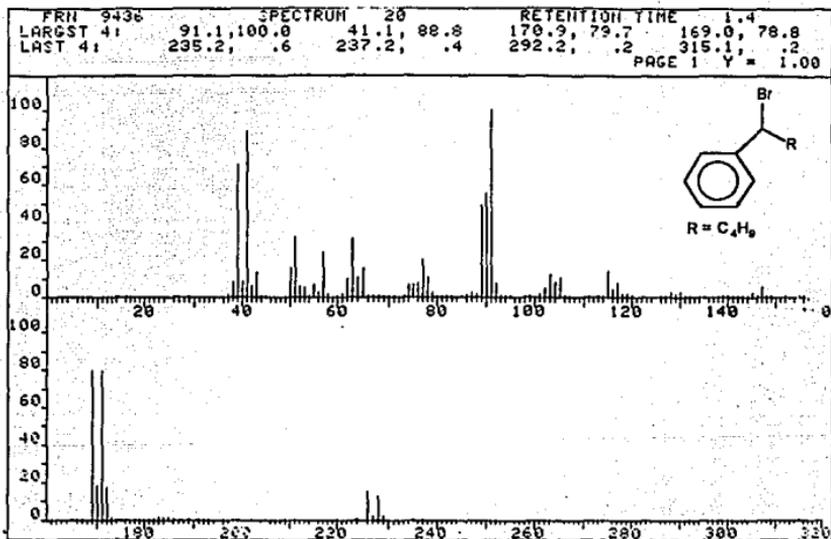
1-fenil, 1-(*p*-etilfenil) etano

Infrarrojo.

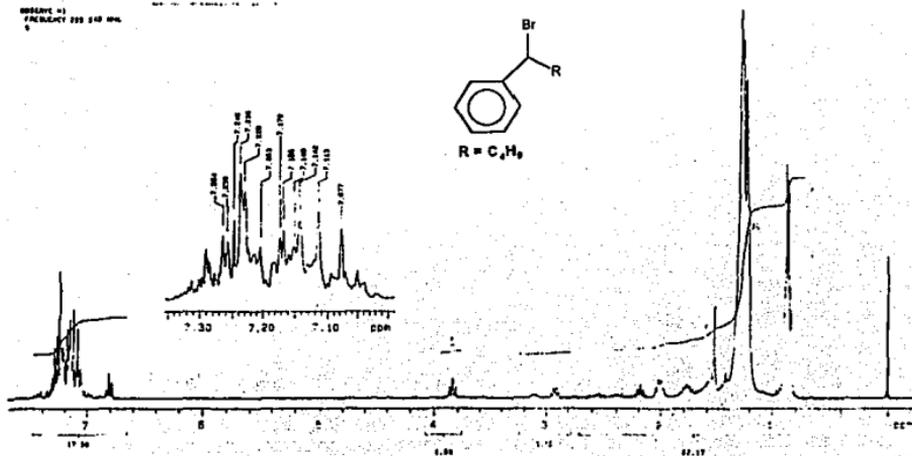


1-bromo-1-fenilpentano

Espectrometria de Masas.

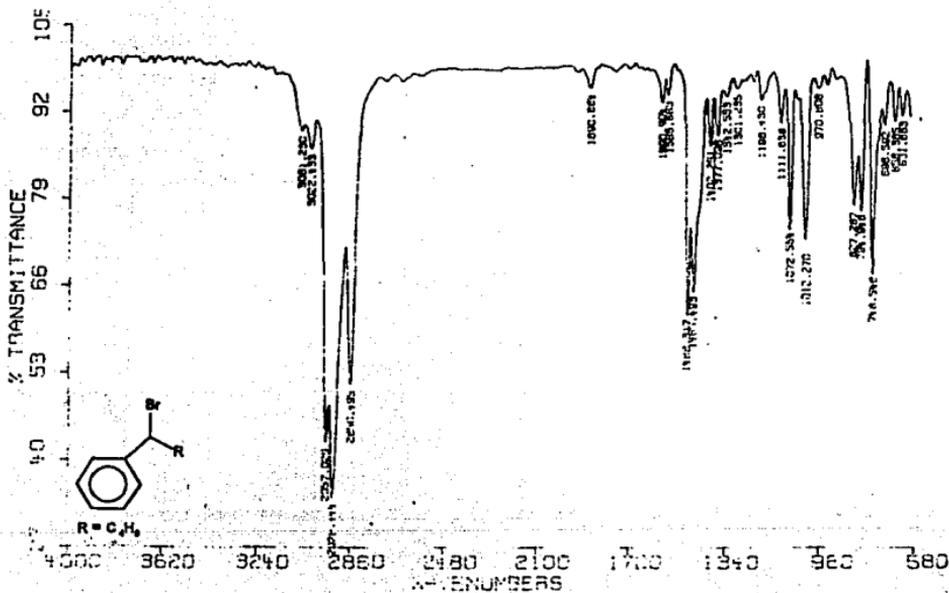


**1-bromo-1-fenilpentano**  
**Resonancia Magnética Nuclear de Hidrógeno.**



1-bromo-1-phenylpentano

Infrarrojo



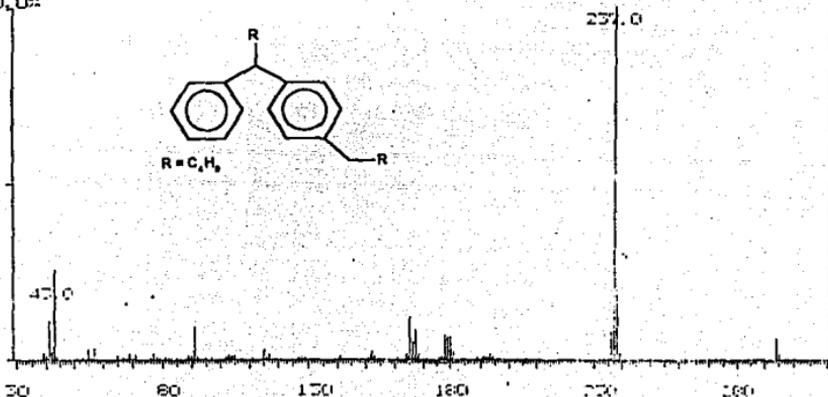
1-fenil, 1-(p-pentilfenil) pentano

Espectrometría de Masas.

Mass Spectrum  
Comment: file 9

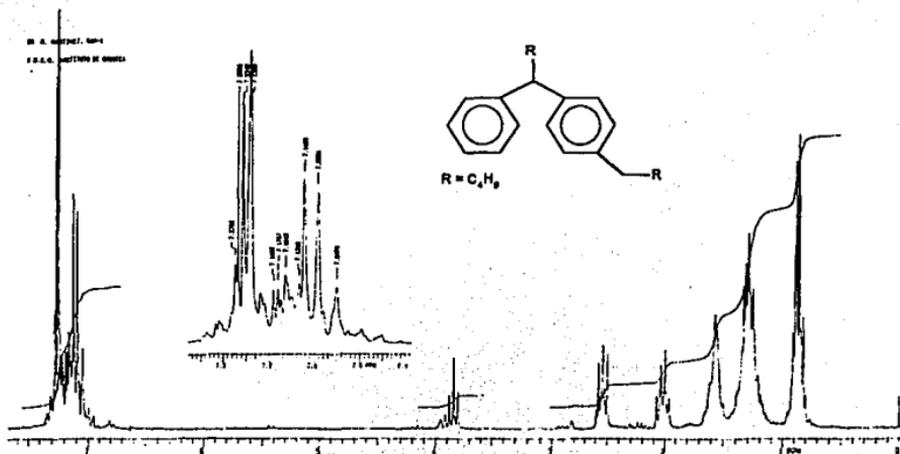
File: 000055.02 92-10-06 19:50

Scan: 1215 Q- O P.T.: 14.23min Base Peak: 237.0 Int: 90600=100%  
100.0%



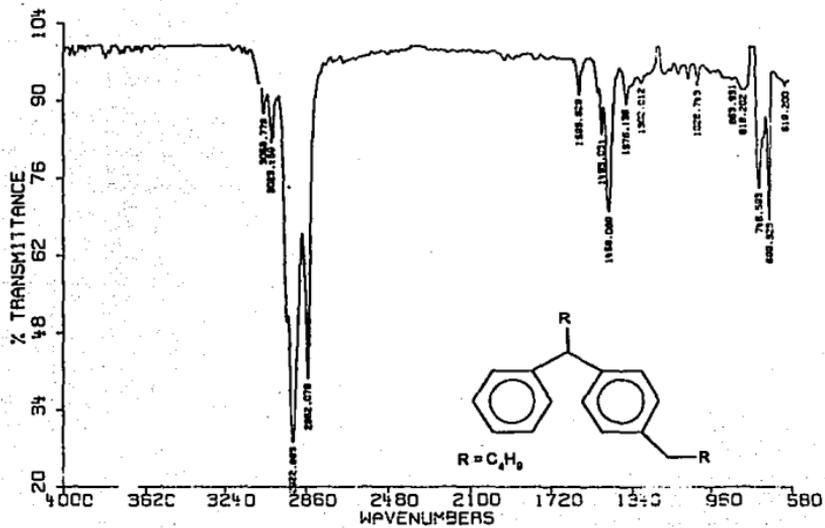
ESTA TESIS NO DEBE  
SALIR DE LA BIBLIOTECA

**1-fenil, 1-(*p*-pentilfenil) pentano**  
**Resonancia Magnética Nuclear de Hidrógeno.**



1-fenil, 1-(p-pentilfenil) pentano

Infrarrojo.



## ***REFERENCIAS***

## VII. REFERENCIAS.

- 1.- HEGEDUS, L., *Catalyst Design Progress and Perspectives*, Wiley-Interscience, New York, 1987, p 1-10.
- 2.- THOMAS, J. and Thomas, W., *Introduction to the Principles of Heterogeneous Catalysis*, Academic Press, New York, 1984, p 8-18.
- 3.- AGUILAR, G., *Fundamentos de Catálisis Heterogénea*, Instituto Mexicano del Petróleo, México D.F., 1988, p 5 - 8, 33-35.
- 4.- Foros de Consulta Permanente del Programa Universitario de Energía., *Hidrocarburos y Ciencias Básica y Aplicada " La Catálisis en México"*., Universidad Nacional Autónoma de México, 1984, p 115-125.
- 5.- CHOPPIN, G., *Química*, Publicaciones Cultural S.A., México D.F., 1983, p 322-323.
- 6.- BLANCO, J., *Catálisis, Fundamentos y Aplicaciones Industriales*, Trillas, México D.F., 1976, p 14-15, 47-48, 71-78.
- 7.- WRIGHT, P., *J. Geol. Soc.*, **15**, 347 (1968).
- 8.- GRIM, R., *Clay Mineralogy*, Mc Graw Hill, U.S.A., 1968, p. 1-22, 43-44.
- 9.- HERVE, C., *Clay Sedimentology*, Springer-Verlag, Berlin Herdelberg, 1989, p 3-7, 13-15.
- 10.- BOWLES, O., *Mining and Met.*, **24**, 85 (1943).

- 11.- GREGORY R., Westlake D., Eur. Pat. Appl. EP 45, 618, 10 Feb (1982).
- 12.- THEOCHARIS C., Sjakob K., *J. Chem. Soc. Faraday Trans. 1*, **84**(5), (1988), 1509-1516.
- 13.- WALTZ, J., U.S.PAT 3,360,573, 26 Dic(1967)Appl. 10 Aug (1964),3.
- 14.- MUELLER, H., Ger. PAT 2, 916,653,06 Nov(1980) Appl.25 Apr(1979),13.
- 15.- LABIAD, B., *Synth. Commun.*, **19**, 31, (1989).
- 16.- SALMÓN, M., Miranda, R., Angeles, E., *J. Chem. Soc.*, 1188(1990).
- 17.- SALMÓN, M., Miranda, R., Corona A., Dominguez J., *Synth. Commun.*, **24**(1994).
- 18.- ROBERTS, J., *Basic Principles of Organic Chemistry*, W.A. Benjamin Inc., New York, 1965, p 783-799.
- 19.- BAEYER, S., *Ber.*, **7**, 190 (1874).
- 20.- REICHERT, J., Nieuwland J., *J. Am. Chem. Soc.*, **45**, 3091 (1923).
- 21.- SPILKER, S., Schade, W., *Chem. Abstr.*, **27**, 712 (1933).
- 22.- MASCARELLI, L., Pirona, M., *Chem. Abstr.*, **33**, 9314<sup>B</sup> (1939).
- 23.- LAMNECK, J., Wise, P., *J. Am. Chem. Soc.*, **76**, 1104 (1954).

- 24.- NOZU, R., LI, H., *Chem. Abstr.*, **36**, 2843<sup>5</sup> (1942).
- 25.- OLAH, G., Stephen, O., *J. Am. Chem. Soc.*, **84**, 1688 (1962).
- 26.- ABDURASULEVA, A., Akhmedov, K., Tadzhlmukhamedov, K., *Chem. Abstr.*, **101**, 90473<sup>n</sup> (1983).
- 27.- STURROCK, G., Laws, T., Kemp, W., *Chem. Abstr.*, **42**, 5052<sup>9</sup> (1948).
- 28.- SMOLIN, E., *Chem. Abstr.*, **50**, 13093<sup>n</sup> (1956).
- 29.- VAISER, V., Akad, D., *Chem. Abstr.*, **44**, 4888<sup>9</sup> (1950).
- 30.- BURTON, H., Prail, G., *J. Am. Chem. Soc.*, **75**, 827 (1953).
- 31.- BROWN, H., Bolto, B., *J. Am. Chem. Soc.*, **81**, 3320 (1959).
- 32.- DEHAAN, F., Covey, W., Ezelle, R., Margetan, E., Pace, S., Sollenberger, J., Wolf, D., *J. Org. Chem.*, **49**, 3954 (1984).
- 33.- DEHAAN, F., Chan, W., Chen, W., Ferrara, D., Gigg, C., Pinkerton, M., *J. Org. Chem.*, **54**, 1206 (1989).
- 34.- ATSUSHI, S., Shigenobu, K., *Chem. Abstr.*, **109**, 103215<sup>x</sup> (1988).
- 35.- WOLFGANG, E., Friedewald, S., *Chem. Abstr.*, **104**, 171258<sup>k</sup> (1986).

- 36.- ATSUSHI, S., Shigenobu, K., Keiji, E., *Chem. Abstr.*, 109, 65524<sup>n</sup> (1988).
- 37.- ATSUSHI, S., Shigenobu, K., Keiji, E., Hideyuki, D., *Chem. Abstr.*, 109, 140926<sup>a</sup>  
(1988).
- 38.- EATON, J., Davies, R., *Chem. Abstr.*, 45, 31111<sup>g</sup> (1951).
- 39.- GEORGE, E., Fletcher, W., *Chem. Abstr.*, 39, 3874 (1945).
- 40.- GUMP, S., *Chem. Abstr.*, 39, 2418 (1945).
- 41.- FLORESTANO, J., *Chem. Abstr.*, 43, 8614<sup>h</sup> (1949).
- 42.- ERREDE, L., Cassidy, P., *J. Am. Chem. Soc.*, 82, 3853 (1960).
- 43.- SHOKUBAI, N., Kogyo, K., *Chem. Abstr.*, 100, 174479<sup>m</sup> (1982).
- 44.- JUERGEN, M., Helmut, H., *Chem. Abstr.*, 101, 191403<sup>v</sup> (1983).
- 45.- SAGARITUGI, K., Watanabe, S., Kazumasa, Ch., Toshihiko, A., Zenji, I., *Chem. Abstr.*, 83, 44166<sup>b</sup> (1975).
- 46.- JAMES, D., Neal, N., *Chem. Abstr.*, 111, 136020<sup>z</sup> (1989).
- 47.- SZMANT, f., *J. Org. Chem.*, 21, 78 (1956).