Laboratorio Chimica Organica

Titolo esperienza: SOSTITUZIONE ELETTROFILA AROMATICA

Obiettivo: Verificare qual è il composto il esame.

Materiali:

- 1 beuta da 200 mL
- ancoretta magnetica
- agitatore magnetico
- bilancia elettronica (Portata 200g, Sensibilità 0,01g)
- buretta da 50 mL
- cilindro da 50 ml
- filtro di Bucker con carta da filtro
- 1 becher da 200 mL
- imputo separatore da 100 mL con sfiato in gomma
- supporto ad anello
- bachettina di vetro

Sostanze:

- 7,0g di acetanilide
- acido acetico diluito al 50% con H₂O
- circa 2.8 mL di bromo metallico
- etanolo al 95%

Procedimento:

$$H_3C$$
 H_3C
 H_3C

Con la bilancia elettronica, pesare esattamente 7,0g di acetanilide, metterli in una beuta da 200mL e porli in soluzione con 40 mL di acido acetico (diluito al 50% con H₂O). Mettere la soluzione ad agitare magneticamente.

Nel frattempo riempire la buretta con il Bromo elementare, avvinandola.

A questo punto, porre la buretta sopra la beuta che contiene la soluzione e sempre agitando, lasciare cadere lentamente, 2,8 mL di bromo elementare (tutto a freddo). La reazione è immediata, ma lasciare in agitazione per 15 minuti, si forma così il bromo derivato; aggiungere poi 100mL di H₂O, avviene così la precipitazione del composto. Filtrare su Bucker. Lavare il precipitato con H₂O fredda, il prodotto va poi ricristallizato con etanolo al 95%.

Diagramma di flusso: Br Etanolo 95% **Essiccazione** Acetanilide Reazione CH₃COOH Composto Puro H_2O **Precipitazione Filtrazione** H_2O CH₃COOH H_2O Lavaggio Passaggio: 1) a freddo 2) a freddo 3) sottovuoto Ricristallizzazione Etanolo 95% 4) con H₂O fredda 6) sottovuoto 7) all'aria **FIltrazione**

Teoria e sicurezza:

Acetanilide:

L' acetanilide (o N-fenilacetammide) è l'ammide dell'anilina e dell'acido acetico.

A temperatura ambiente si presenta come un solido da inco

lore a bianco dall'odore caratteristico. È un composto nocivo.

Sintetizzata principalmente per reazione tra il cloridrato di anilina e l'anidride acetica, trova impiego come inibitore dell'acqua ossigenata e stabilizzante delle vernici a base di esteri della cellulosa. Trova inoltre impiego nella sintesi di acceleranti per gomma, coloranti e intermedi della sintesi di coloranti.

L'acetanilide fu usata come precursore nella sintesi della penicillina ed è tuttora un intermedio nella sintesi di numerosi composti di interesse farmaceutico.

L'acetanilide ha proprietà analgesiche e antipiretiche; appartiene alla stessa classe di farmaci quali l'acetaminofene e il paracetamolo. Fu usata come farmaco fino al 1948 quando venne sostituita da altri farmaci analoghi meno tossici. La sua tossicità si esplica principalmente a carico di fegato e reni.

Caratteristiche generali				
Formula bruta o molecolare	CH ₃ CONHC ₆ H ₅			
Massa molecolare (u)	135,17 g/mol			
<u>Aspetto</u>	solido da incolore a bianco			
Numero CAS	103-84-4			
Proprietà chimico-fisiche				
Densità (g/cm³, in c.s.)	1,22 (20 °C)			
Solubilità in acqua	5 g/l (20 °C)			
Temperatura di fusione (K)	388 (115°C)			
Temperatura di ebollizione (K)	577 (304°C)			
Indicazioni di sicurezza				
Flash point (K)	446 (173°C)			
Temperatura di autoignizione (K)	813 (540°C)			
Simboli di rischio chimico				

frasi R: R 22: nocivo per indigestione

Bromo elementare:

Il Bromo è un elemento piuttosto raro in natura (circa 2 ppm nella crosta terrestre) dove non esiste libero, ma si trova soprattutto sotto forma di bromuri disciolti nelle acque marine e, in concentrazioni molto più elevate in mari interni (come per esempio il Mar Morto), saline naturali e laghi salmastri. Il bromo fu scoperto nel 1826 indipendentemente dal francese A.J. Balard e dal tedesco C.J. Lòwig.

frasi S: S --

Il bromo puro è un liquido rosso bruno, di cattivo odore (donde il nome, dal greco bromòs, fetore), molto volatile, lacrimogeno ed estremamente irritante e tossico per l'apparato respiratorio e la pelle anche a basse concentrazioni. Ha molecola biatomica

Br₂ sia allo stato liquido che di vapore; è abbastanza solubile in acqua (la soluzione prende il nome di "acqua di bromo", molto solubile in solventi apolari come il solfuro di carbonio, il tetracloruro di carbonio e il benzene). Appartenendo al gruppo degli alogeni, il bromo è un tipico elemento elettronegativo non metallico, ed è un energico ossidante poiché tende a passare allo stato di ossidazione -1. La sua reattività e le sue



proprietà ossidanti sono in genere intermedie tra quelle del cloro e dello iodio: reagisce direttamente con molti metalli anche a temperatura ambiente, soprattutto se in presenza di acqua, anche in piccola quantità, e si combina con diversi non-metalli.

Tanto allo stato di vapore che di liquido il bromo esercita azione irritante sugli occhi, la cute e soprattutto sull'epitelio respiratorio, con il quale venendo a contatto provoca blocco dell'assorbimento di ossigeno e conseguente asfissia (ad alte

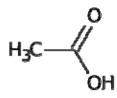
concentrazioni o per esposizione prolungata, può anche essere letale). Tutti i composti del bromo presentano, in varia misura, una certa tossicità; le concentrazioni ammesse in ambienti di lavoro sono definite da precisi limiti.

Acido Acetico:

L'acido acetico (o acetato in biochimica, noto anche come acido etanoico) è un composto chimico organico la cui formula chimica è CH₃COOH, meglio conosciuto per conferire all'aceto il suo caratteristico sapore acre e il suo odore pungente.

L'acido acetico puro, privo di acqua (*acido acetico glaciale*), a temperatura ambiente è un liquido incolore che attrae acqua dall'ambiente (igroscopicità) e che congela al di sotto dei 16,7 °C (62 °F) in un solido cristallino incolore. L'acido acetico è corrosivo, e i suoi vapori causano irritazione agli occhi, infiammazione delle vie respiratorie e

congestione dei polmoni, ma chimicamente è un acido debole per via della sua limitata capacità di dissociarsi in soluzioni acquose.



L'acido acetico è uno dei più semplici acidi carbossilici (il secondo, dopo l'acido formico). È un composto molto diffuso in natura; gli organismi superiori lo impiegano ampiamente come intermedio di sintesi, ed è anche il prodotto finale della fermentazione acetica in cui l'etanolo viene ossidato

dall'Acetobacter in presenza di aria. È un importante reagente chimico e prodotto industriale che viene utilizzato nella produzione del polietilentereftalato, usato principalmente per le bottiglie di plastica per le bibite; dell'acetato di cellulosa, principalmente per le pellicole fotografiche; dell'acetato di polivinile per le colle da legno e in molte fibre sintetiche e tessuti. In casa, diluito in acqua viene spesso usato come smacchiante. Nell'industria alimentare, l'acido acetico è usato come additivo alimentare con la funzione di regolatore di acidità; è classificato sotto il codice E260.

La domanda globale di acido acetico è di circa 6,5 milioni di tonnellate annue, di cui approssimativamente 1,5 milioni di tonnellate ottenute da riciclo; il rimanente è prodotto dall'industria petrolchimica o da fonti biologiche.

L'acido acetico concentrato corrosivo e deve essere maneggiato con opportuna cura, poiché può causare bruciature della pelle, danni permanenti agli occhi e irritazioni delle membrane delle mucose. Queste bruciature vescichette 0 non compaiono prima di qualche ora dell'esposizione. I guanti in latex non offrono una sufficiente protezione; quando si maneggia composto, devono essere impiegati

Indicazioni di sicurezza Simboli di rischio chimico frasi R: R 10-35 frasi S: S 23-26-45

speciali guanti resistenti, come quelli fatti in gomma nitrilica. L'acido acetico concentrato si infiamma con difficoltà in laboratorio; l'infiammabilità diventa un rischio se la temperatura dell'ambienta oltrepassa i 39 °C (102 °F), e in presenza di aria può formare miscele esplosive oltre questa temperatura (limiti di esplosione: 5.4%–16%).

I rischi nell'uso delle soluzioni di acido acetico dipendono dalla concentrazione. La tabella seguente elenca la classificazione EU delle soluzioni di acido acetico:

Concentrazione (percentuale in peso)	Molarità	Classificazione	Frasi R
10%-25%	1.67–4.16 mol/L	Irritante (Xi)	R36/38
25%-90%	4.16–14.99 mol/L	Corrosivo (C)	R34
>90%	>14.99 mol/L	Corrosivo (C)	R10, R35

Soluzioni che vanno oltre il 25% in acido acetico devono essere manipolate sotto cappa a causa dei vapori pungenti e corrosivi. L'acido acetico diluito, nella forma di aceto, è innocuo, anche se l'ingestione di grandi quantità di soluzione è pericoloso per la vita umana ed animale; può causare gravi danni al sistema digestivo e una modificazione potenzialmente letale dell'acidità del sangue.

Etanolo:

L'etanolo è un alcol a corta catena, la cui formula bruta è CH₃CH₂OH, il suo numero CAS è 64-17-5.

È anche chiamato, per antonomasia, semplicemente alcol essendo alla base di tutte le bevande alcoliche. È noto anche come alcol etilico, spirito di vino, spirito da ardere.

A temperatura ambiente si presenta come un liquido incolore dall'odore caratteristico. È tendenzialmente volatile ed estremamente infiammabile. La fiamma che produce durante la combustione si presenta di colore blu tenue, ed è molto difficile da vedere in presenza di luce.

È completamente solubile in molti solventi organici - ad esempio il cloroformio - ed in acqua, con cui forma in proporzione 95:5 un azeotropo di minimo, che rende impossibile ottenere per semplice distillazione un etanolo di purezza superiore. Per questo con la dicitura alcol puro si indica una soluzione di etanolo in acqua al 95%.

L'etanolo puro al 100%, o etanolo assoluto o anidro può essere ottenuto per rimozione dell'acqua dall'azeotropo tramite aggiunta di benzene e successiva distillazione frazionata, oppure usando magnesio metallico, che aggiunto all'azeotropo acqua/etanolo reagisce quantitativamente con l'acqua dando idrogeno, che viene allontanato per degassamento della soluzione, e idrossido di magnesio allontanato per distillazione dell'etanolo assoluto. In questo modo l'acqua residua viene eliminata completamente. Un metodo meno pericoloso è quello di aggiungere ossido di bario che disidrata l'alcol formando l'idrossido.