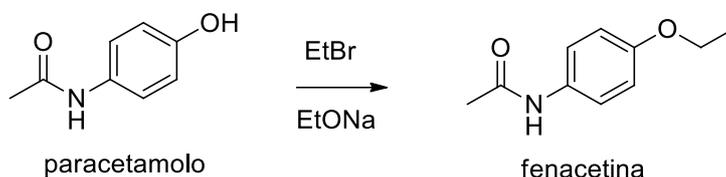


ESPERIENZA 11

SINTESI DELLA FENACETINA

Scopo: Sintesi della fenacetina tramite alchilazione del paracetamolo con bromoetano.



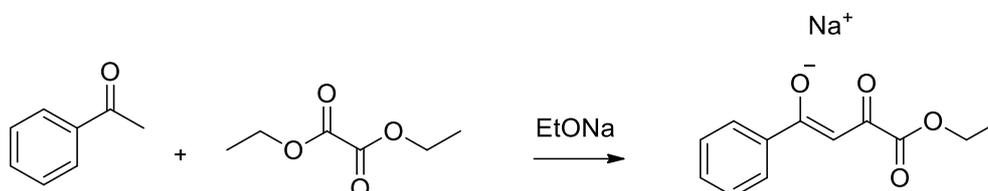
Procedimento:

- 1) PREPARAZIONE DELL'ETILATO SODICO: In un becker contenente 50 mL di etere di petrolio si pesano 1,7 g di Na metallico a piccoli pezzetti. Sotto cappa, porre in agitazione 50 mL di EtOH assoluto in un pallone da 250 mL a due colli provvisto di valvola a CaCl₂. Aggiungere all'etanolo il sodio poco per volta fino a completa dissoluzione.
- 2) Si lascia raffreddare la soluzione in bagno di ghiaccio e si aggiungono 10 g di paracetamolo sempre lasciando in agitazione.
- 3) Attendere 5 minuti quindi aggiungere 14 g di EtBr.
- 4) Togliere il bagno di ghiaccio e scaldare la miscela a riflusso in mantello riscaldante per 1 ora.
- 5) Controllare la reazione tramite TLC (Acetato/petrolio 7:3). Il campione della reazione va preparato prelevando una piccola aliquota di miscela a cui va aggiunto HCl 10% fino a pH acido. Aggiungere quindi EtOAc in provetta, agitare e puntare solo la fase organica superiore.
- 6) Raffreddare la reazione in bagno di ghiaccio, aggiungere 100 mL di acqua deionizzata, filtrare su gooch e lavare il precipitato con 20 mL di acqua deionizzata fredda.
- 7) Cristallizzare il solido ottenuto in una beuta aggiungendo 40 mL di EtOH 95% e portando tutto in soluzione tramite riscaldamento. Aggiungere quindi 120 mL di acqua deionizzata calda.
- 8) Lasciare raffreddare prima gradualmente poi porre in bagno di ghiaccio poco prima della filtrazione.
- 9) Filtrare, trasferire in vetrino tarato e porre in stufa una notte.
- 10) Determinare il punto di fusione e calcolare la resa %.

ESPERIENZA 12

OSSALILAZIONE DELL'ACETOFENONE

Scopo: Sintesi dell'ossalilacetofenone per condensazione tipo Claisen tra acetofenone e ossalato di etile.



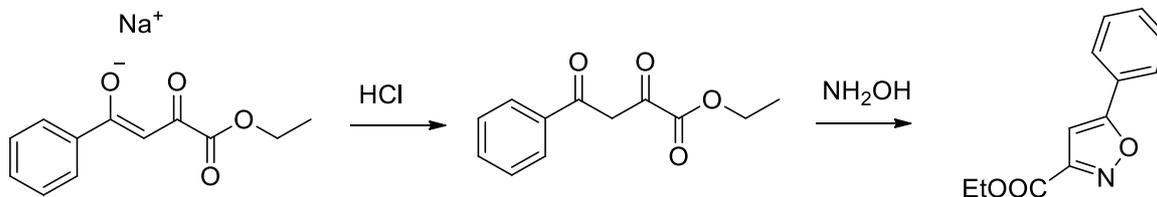
Procedimento:

- 1) PREPARAZIONE DELL'ETILATO SODICO: In un becker contenente 50 mL di etere di petrolio si pesano 1,4 g di Na metallico a piccoli pezzetti. Sotto cappa, porre in agitazione 50 mL di EtOH assoluto in un pallone da 250 mL a due colli provvisto di valvola a CaCl₂. Aggiungere all'etanolo il sodio poco per volta fino a completa dissoluzione.
- 2) Si lascia raffreddare la soluzione sempre lasciando in agitazione e si aggiunge goccia a goccia tramite imbuto gocciolatore una miscela di acetofenone (7,2 g) e ossalato di etile (8,6 g).
- 3) Si lascia procedere la reazione tenendo in agitazione a temperatura ambiente per una notte.
- 4) Filtrare il solido che si è formato (colorazione gialla) su Buckner con carta da filtro bagnata con etanolo al 95%.
- 5) Trasferire la sostanza in un foglio di carta da filtro, si sminuzza il solido e si lascia seccare sul banco una notte.
- 6) Calcolare la resa %. Il solido viene successivamente utilizzato nell'esperienza 13.

ESPERIENZA 13

SINTESI DEL 5-FENILISOSSAZOL-3-CARBOSSILATO DI ETILE

Scopo: Sintesi di un isossazolo per ciclizzazione dell'ossalil acetofenone con idrossilammina.



Procedimento 1 (sblocco del sale sodico dell'ossalil acetofenone):

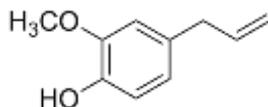
- 1) Trasferire il solido ottenuto dall'esperienza 12 in una beuta da 500 mL e aggiungere 100 mL di EtOAc. Porre sotto agitazione e aggiungere HCl al 20% fino al raggiungimento di un pH 3 stabile. Aggiungere eventuale acqua fino a completa solubilizzazione dei Sali.
- 2) Trasferire il tutto in imbuto separatore, si separa, la fase organica e si riestra la fase acquosa per altre 2 volte con EtOAc (2x25 mL)
- 3) Lavare gli estratti organici riuniti con acqua e brine.
- 4) Anidrificare la fase organica con sodio solfato ed evaporare il solvente al rotavapor in un pallone tarato.
- 5) Si ottiene un olio che va pesato in quanto costituisce il reagente limitante per la successiva reazione. Tenere da parte una piccola aliquota di olio che servirà da riferimento per la TLC di controllo.

Procedimento 2 (ciclizzazione dell'ossalil acetofenone con idrossilammina):

- 1) All'olio ottenuto per evaporazione si aggiungono 18.5 g di NH₂OH·HCl e 50 mL di EtOH 95%. Lasciare procedere una notte a refluxo in mantello riscaldante.
- 2) Effettuare una TLC di controllo (Etere etilico/etere di petrolio 1:1) puntando come riferimento l'ossalilacetofenone sciolto in poco metanolo.
- 3) Si raffredda a 0 °C per precipitare l'eccesso di idrossilammina cloridrata.
- 4) Si filtra con Gooch lavando con EtOH al 95%.
- 5) Si concentra il filtrato al rotavapor e si ripartisce il residuo tra EtOAc (50 mL) e acqua deionizzata (20 mL).
- 6) Si trasferisce il tutto in imbuto separatore e si separa. La fase organica viene lavata altre due volte con acqua deionizzata (2x20 mL).
- 7) Si concentra la fase organica dopo anidificazione con sodio solfato e si ottiene un olio che viene cristallizzato da etere etilico/etere di petrolio raffreddando in bagno di ghiaccio e innescando la cristallizzazione con una bacchetta.
- 8) Si filtra e si trasferisce su vetrino tarato.
- 9) Calcolare la resa e determinare il punto di fusione.

ESPERIENZA 14

ESTRAZIONE DELL'EUGENOLO DAI CHIODI DI GAROFANO TRAMITE DISTILLAZIONE IN CORRENTE DI VAPORE



Procedimento:

- 1) Polverizzare 8,5 g di chiodi di garofano in un mortaio e trasferirli in un pallone da 250 mL.
- 2) Aggiungere 100 mL di acqua di rubinetto.
- 3) Preparare un pallone da 100 mL per la raccolta del distillato. Questo andrà immerso in un bagno di ghiaccio.
- 4) Collegare i due palloni al distillatore in corrente di vapore. Il pallone contenente i chiodi di garofano va scaldato in mantello riscaldante.
- 5) Al termine del processo il pallone di raccolta contiene una miscela di eugenolo e acqua. Si esegue quindi un'estrazione mediante imbuto separatore per separare l'olio essenziale dalla fase acquosa. Effettuare 3 estrazioni successive con 30 mL di etere etilico ciascuna. L'eugenolo è solubile in etere etilico e passa nella fase organica.
- 6) Riunire le fasi organiche, anidrificare su sodio solfato e filtrare su cotone per gravità all'interno di un pallone tarato da 100 mL.
- 7) Evaporare l'estratto al rotavapor.
- 8) Calcolare il recupero percentuale (grammi di eugenolo/grammi di chiodi di garofano x 100) ed effettuare una TLC di confronto con eugenolo commerciale.