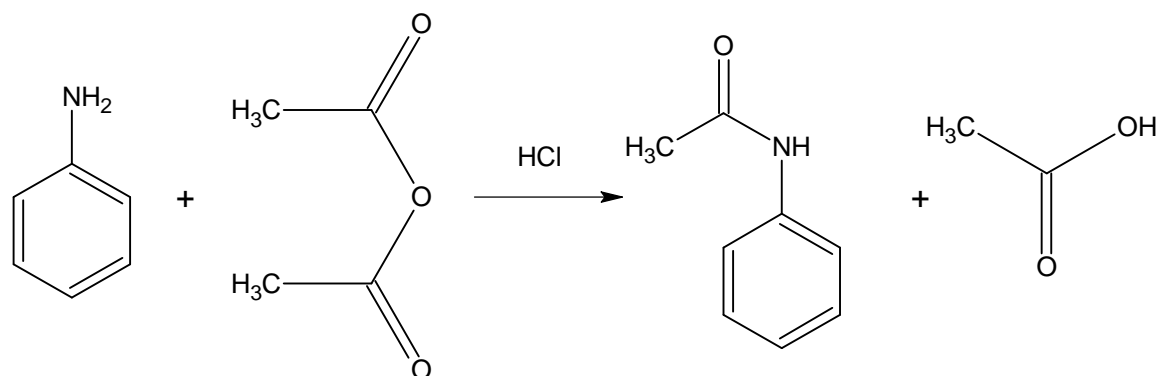


Sintesi dell'acetanilide



benzenammina
(anilina)

d = 1,02 g/mL

PM = 93 g/mol

anidride etanoica
(anidride acetica)

d = 1,08 g/mL

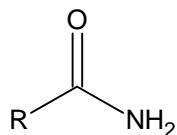
PM = 102 g/mol

N - fenilacetammide
(acetanilide)

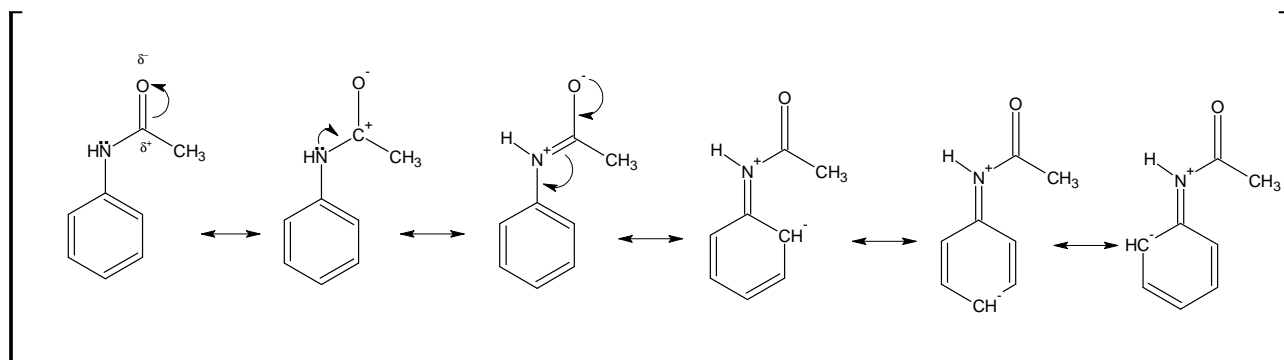
PM = 135 g/mol

acido etanoico
(acido acetico)

La reazione rappresenta la preparazione di un'amide, che è un derivato degli acidi carbossilici ed ha formula generale:

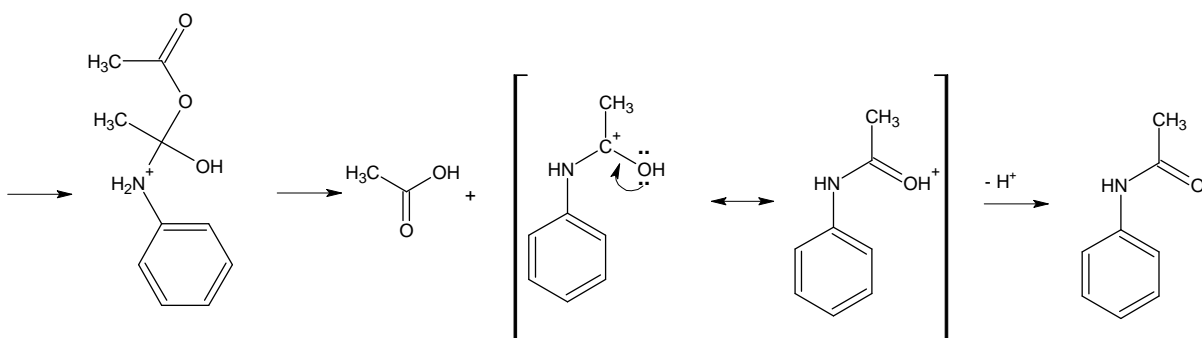
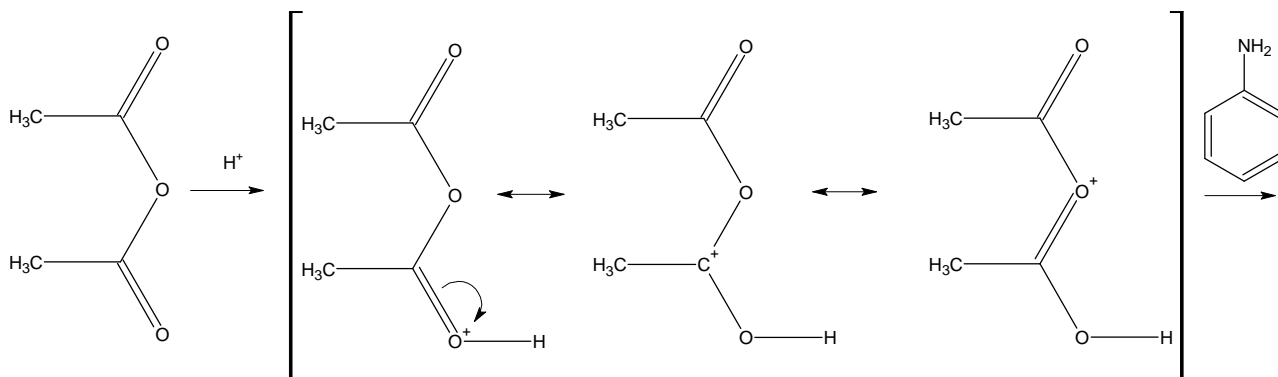


L'acetilazione si usa spesso per proteggere la funzione amminica in quanto l'acetanilide è un composto meno sensibile all'ossidazione, meno reattivo verso le sostituzioni elettrofile aromatiche e meno basico dell'anilina, perché il doppietto elettronico sull'azoto è attratto dall'ossigeno carbonilico.

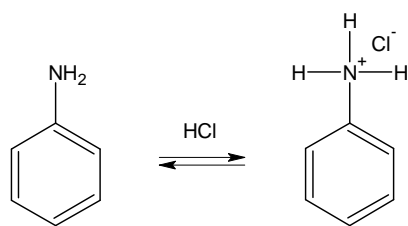


Il gruppo amminico può essere ripristinato per idrolisi acida o basica.

Il meccanismo della reazione di acetilazione è quello della sostituzione nucleofila acilica catalizzata dagli acidi.



L'acido cloridrico serve per favorire l'attacco del protone sul carbonio carbonilico, che si positivizza come riporta il meccanismo di reazione: attacco che non avviene sull'ossigeno centrale dell'anidride perché legato al carbonio con un legame semplice poco polarizzato rispetto al doppio legame $C=O$. Serve altresì per solubilizzare l'anilina in acqua sotto forma di cloruro di anilinio:



L'aggiunta dell'acetato di sodio ha la funzione di tamponare l'ambiente e quindi impedire l'idrolisi dell'acetanilide in ammina e acido acetico e, rendendo l'ambiente basico, fa precipitare l'acetanilide.

Al posto dell'anidride (non valida per le ammine disattivate da gruppi elettronattrattori) si potrebbe usare anche un cloruro di acetile, che sarebbe stato ancora più reattivo, ma, liberando HCl durante il decorso della reazione, trasformerebbe sempre più la ammina in cloridrato, che non reagirebbe; mentre usando l'acido acetico sarebbe necessario un riscaldamento prolungato.

Per calcolare la resa della reazione è necessario determinare il reagente limitante (normalmente l'anilina) ed impostare i calcoli basandosi sulla quantità effettivamente usata di questo reagente. Per determinare la purezza dell'acetanilide si verifica se il suo p.f. è 114 °C.

Procedimento

Prelevare, sotto cappa, 300 µL di anilina e porli in una provetta. Aggiungere 1,5 mL di acqua distillata, agitando bene, e successivamente mettere 9 gocce di HCl concentrato. Continuare ad agitare. Aggiungere poi 30 mg di carbone attivo polverizzato e mescolare bene. Attendere circa 10 minuti. Nel frattempo preparare una pipetta Pasteur con un batuffolo di cotone ed un po' di celite (1-1,5 cm di altezza). Utilizzare un'altra pipetta per spingere il cotone in basso. Con un contagocce travasare il miscuglio con il carbone nella colonnina, raccogliendo il filtrato in una seconda provetta. Al termine lavare la colonnina con 0,5 mL circa di acqua. Preparare intanto una soluzione con 270 mg di acetato di sodio anidro e 30 gocce di acqua: conservare questa soluzione tampone per la fase successiva. Terminata la filtrazione ed il lavaggio, aggiungere alla soluzione contenente il cloruro di anilinio 450 µL di anidride acetica, mescolare e subito dopo, rapidamente, aggiungere il tampone.

La reazione è molto rapida ed il prodotto comincia a precipitare subito dopo aver mescolato i reagenti. Se dopo l'agitazione il precipitato scompare, niente paura: con il raffreddamento si riformerà. Mantenere questa soluzione a temperatura ambiente per 5', poi mettere la provetta in un bagno a ghiaccio per altri 5-10', per completare il processo di cristallizzazione.

Filtrare su Büchner, sciacquare il precipitato con 2 porzioni di 1 mL ciascuna di acqua fredda.

Ricristallizzare con acqua distillata bollente e filtrare su filtro tarato.

Calcolare la resa teorica ed il punto di fusione.