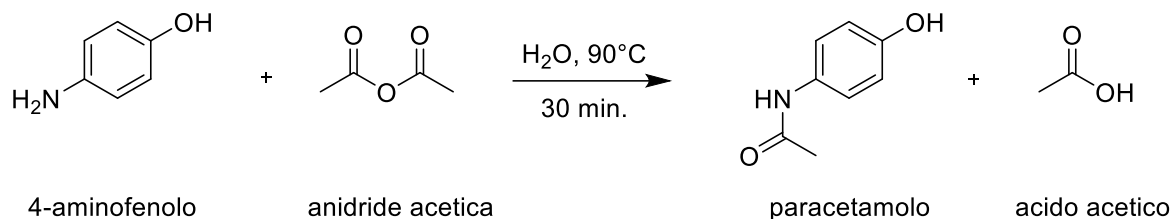


Esperienza 7

Sintesi del paracetamolo

Scopo dell'esperienza

Sintetizzare il paracetamolo secondo la reazione riportata.



Preparazione

In questo video viene mostrata una procedura per la sintesi del paracetamolo

<https://www.youtube.com/watch?v=-i15Fz9zHG4&t=15s>

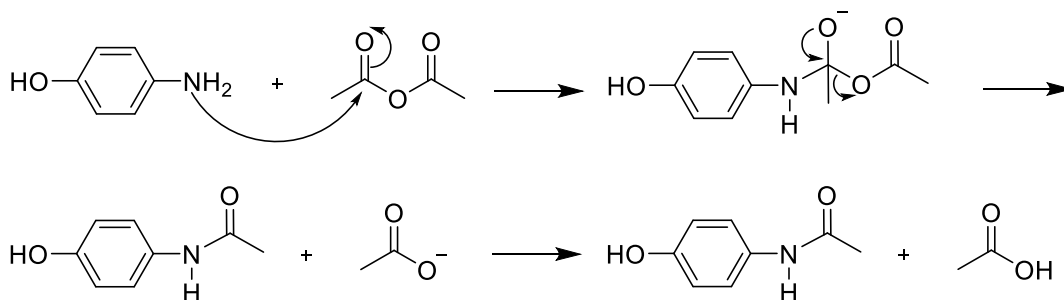
La procedura mostrata nel video è piuttosto simile a quella che useremo in lab, con la differenza che nel video viene impiegata una scala molto più elevata. Inoltre la nostra reazione sarà svolta in un pallone di reazione.

Minime note di sicurezza

L'anidride acetica è irritante e tossica, va usata esclusivamente sotto cappa.

Minima introduzione

A differenza della sintesi dell'aspirina in questo caso si sfrutta la maggiore nucleofilicità dell'ammina per formare selettivamente l'ammide del paracetamolo. Il meccanismo è estremamente simile a quello visto per la sintesi dell'aspirina.



Materiali e reagenti

- 4-aminofenolo
- Anidride acetica
- Acqua distillata
- Pallone da 50 mL
- (Ghiaccio)

Procedura

- 1) In un pallone da 100 mL, munito di ancoretta magnetica, introdurre nell'ordine 4-aminofenolo (500 mg, 0.005 moli), acqua distillata (15 mL) e anidride acetica (0.75 mL). La soluzione viene riscaldata a 90°C per 30 min. (Usare un refrigerante, scaldare un bagno ad acqua, contare i 30 minuti da quando il bagno arriva a 90°C, misurare con il termometro) e quindi lasciare raffreddare a temperatura ambiente e in seguito in un bagno a ghiaccio.
- 2) Quando la precipitazione del prodotto è completa il prodotto grezzo viene filtrato (su filtro Büchner), lavato 3 volte con acqua ghiacciata e quindi seccato all'aria. [In ciascun lavaggio bisogna chiudere il vuoto, aggiungere l'acqua ghiacciata al composto sul filtro, in modo che sia completamente immerso, e poi riaprire il vuoto]
- 3) Qualora non si verificasse precipitazione aggiungere 50 mL di acqua ed estrarre (imbuto estrattore) con etile acetato (3 volte con 15 mL), raccogliere la fase organica e seccare con Na₂SO₄, filtrare ed evaporare al rotavapor.
- 4) Il prodotto ottenuto può essere ricristallizzato da una quantità minima di acqua bollente (se non si osserva formazione di cristalli raffreddare con ghiaccio e grattare il fondo del pallone con una bacchetta di vetro).
- 5) Determinare il punto di fusione.

4-aminofenolo : PM 109.13, p.f. 187-188°C

Anidride acetica: PM 102.09, d = 1.080 g/mL

paracetamolo: PM 151.16, p.f. 169°C