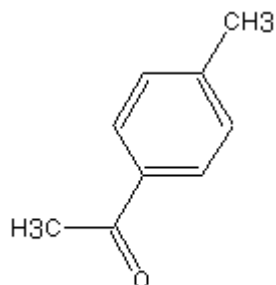


SINTESI DEL 2-p-TOLILINDOLO

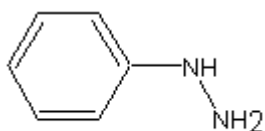
REAZIONI:

COMPOSTI INIZIALI:



p-metil-acetofenone

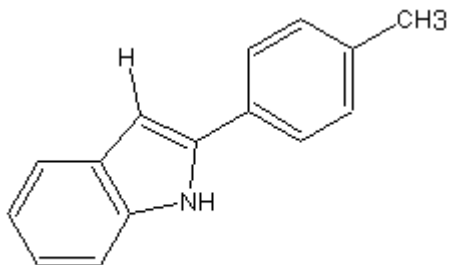
Formula molecolare = $C_9H_{10}O$
Massa molare = 134,175
Indice di rifrazione = 1,510 +/- 0,02
Densità 20°/4° = 0,977 +/- 0,06 g/cm³



fenilidrazina

Formula molecolare = $C_6H_8N_2$
Massa molare = 108,141
Indice di rifrazione = 1,643 +/- 0,02
Densità 20°/4° = 1,125 +/- 0,06 g/cm³
R45-46-34-43; S45-26-36/37/39-23

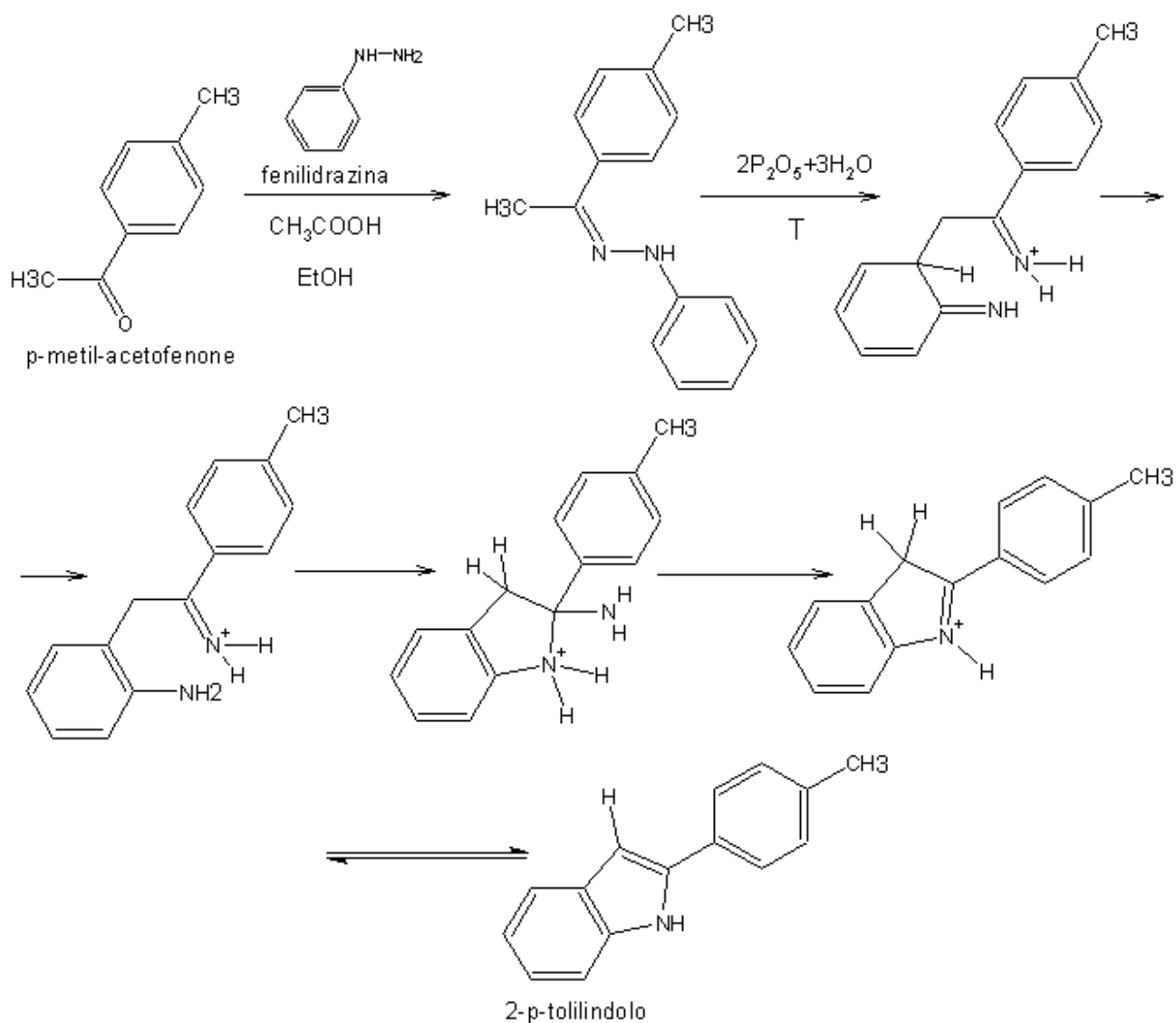
COMPOSTI FINALI:



2-p-tolilindolo

Formula molecolare = $C_{15}H_{13}N$
Massa molare = 207,270
Indice di rifrazione = 1,662 +/- 0,02
Densità 20°/4° = 1,129 +/- 0,06 g/cm³
p.f. = 219 °C

REAZIONE:



TAVOLE DEI REATTIVI

Per la sintesi dell'idrazone:

p-metil-acetofenone	PM 134	2,01 g	15 mmoli		R22-36/37/38; S26-36
fenilidrazina	PM 108; d 1,099	1,47 ml	15 mmoli	Cas 100-63-0	R45-46-34-43; S45-26-36/37/39-23

Per la sintesi dell'indolo

2P ₂ O ₅ * 3H ₂ O (82-84 % P ₂ O ₅)	PM 338	da calcolare in base all'idrazone g			R34; S26-27-36/37/39
--	--------	-------------------------------------	--	--	----------------------

PROCEDIMENTO:

- Sintesi dell'idrazone:** In un pallone scaldare a ricadere una miscela di chetone e fenilidrazina in etanolo con alcune gocce di AcOH (60 ml di etanolo ogni 22 g di p-Me-acetofenone). Dopo 15-20' raffreddare la miscela, filtrare il

solido lavandolo con 4-5 ml di etanolo freddo. Determinare il p.f. (tab. 96 °C). Asciugare bene (non in stufa) il prodotto prima di pesarlo.

- Sintesi del 2-p-Tolil-indolo: mettere il fenilidrazone in un bicchiere contenente l'acido polifosforico. Porre il bicchiere sulla piastra riscaldante già calda e, mescolando bene con il termometro, scaldare per 10': la temperatura deve arrivare a 100-120 °C. Unire acqua fredda (450 ml ogni 30 g di fenilidrazone utilizzato) ed agitare bene per dissolvere tutto il polifosforico. Filtrare e lavare molto bene con H₂O fino a pH neutro, poi con una soluzione satura di bicarbonato e quindi ancora con acqua. Asciugare bene il prodotto.
- Cristallizzazione: Si ricristallizza da etanolo e si asciuga in stufa. Determinare il punto di fusione.

CONSIDERAZIONI PRATICHE

Questa sintesi è chiamata sintesi indolica di Fischer in cui un arilidrazone dopo riscaldamento in ambiente acido tautomerizza in una forma "enidrazinica" seguita poi da un riarrangiamento [3,3]-sigmatropico. Il gruppo amminico rimasto viene protonato e subisce eliminazione, operazione quasi spontanea per l'acquisto di una struttura aromatica da parte dell'anello indolico.

La sintesi dell'idrazone appartiene alle reazioni tipiche per la formazione di immine o basi di Schiff, un aldeide o chetone per trattamento con una ammina, idrazina, o idrossilammina reagisce per dare l'immina corrispondente più acqua. Nel nostro caso, come si è potuto vedere precedentemente, a reagire è la fenilidrazina per dare l'idrazone del p-metilacetofenone.

L'acido acetico nella reazione di formazione dell'idrazone è necessario in quanto catalizzatore e facilita l'uscita dell'acqua nei passaggi finali della reazione, di conseguenza la soluzione deve essere abbastanza acida; pH ~ 5. Si può utilizzare anche TsOH oppure una soluzione tampone AcOH/AcONa

Il composto più pericoloso da maneggiare nell'esperienza odierna è la fenilidrazina, questo composto è riconosciuto come probabile carcinogeno per l'uomo, infatti molti studi e osservazioni hanno riscontrato un aumento dell'incidenza di cancro nelle persone esposte a questa sostanza.

Gli studi sono stati compiuti su animali per lunghi periodi, e hanno dimostrato che l'assorbimento attraverso la cute può essere una significativa fonte di esposizione. Inoltre questa sostanza è anche un sensibilizzante che può portare a risposta immunologica di tipo allergico.