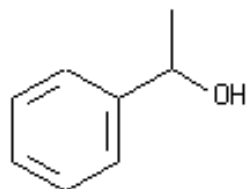


## SINTESI DELL'ACETOFENONE PER OSSIDAZIONE DELL'1-FENILETANOLO

### REAZIONI:

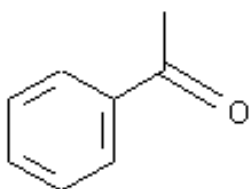
#### COMPOSTI INIZIALI:



1-fenil etanolo

mm 122,17  
Densità 20°/4° = 1,009

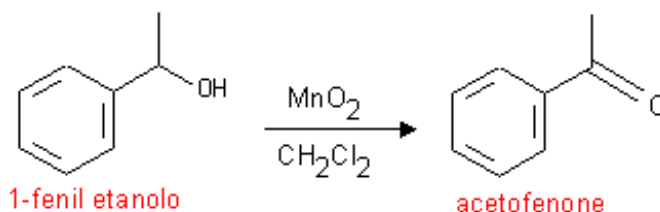
#### COMPOSTI FINALI:



acetofenone

p.eb 202,0 °C  
p.f 19,7 °C  
mm 120,15  
indice di rifrazione 20°/D = 1,5333 +/- 0,0035  
Densità 20°/4° = 1,028 +/- 0,004

### REAZIONE:



### PROCEDIMENTO:

In un pallone a 2 colli da 100 ml pesare 1,5 g di PhEtOH e aggiungere 15 ml di CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> sotto continua agitazione. Usare una tramoggia per versare 7 g di MnO<sub>2</sub> e attendere la reazione sotto riflusso per circa un'ora.

La reazione quindi deve essere riscaldata su un bagno d'acqua visti i bassi punti di ebollizione.

Dopo i primi 20 minuti si deve fare una TLC per verificare l'andamento della reazione e la quantità di acetofenone formatasi. L'acetofenone possiede un gruppo carbonilico anziché uno ossidrile quindi interagirà di meno con la fase stazionaria rispetto all'alcool, questo in una miscela 7:3 di esano/AcOET.

A questo punto se la reazione è praticamente terminata si filtra su celite e poi esegue una separazione su colonna e si ricavano frazioni di 15 ml ognuna.

A intervalli di frazioni stabiliti si esegue una TLC per verificare le frazioni utili alla purificazione finale.

Dalle frazioni utili raccolte si evapora il solvente e si pesa l'acetofenone ottenuto.

## CONSIDERAZIONI PRATICHE

Questa ossidazione si opera con  $\text{MnO}_2$  il quale passa dallo stato di ossidazione +4 a +2 scambiando due elettroni, necessari per l'ossidazione. Anche altri ossidanti si sarebbero potuti usare quali  $\text{KMnO}_4$  e Cromo VI, molto più forti.

Gli alcoli allilici e benzilici possono essere ossidati facilmente e in maniera selettiva con l'ossidante sopra citato.

Si lavora in ambiente neutro, usando come solvente  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  il quale non solubilizza il  $\text{MnO}_2$ . Facilmente separabile in un secondo tempo.

La filtrazione dell'ossidante a fine reazione viene fatta con un buckner riempito di celite, una sostanza simile alla silice.

Siccome a fine reazione non tutto l'alcool è reagito per dare acetofenone, si deve trovare un metodo valido per separare le due sostanze per poi purificarle.

Si può pensare alla distillazione ma essendo i punti di ebollizione delle due sostanze molto simili non si apprezzerebbe tale salto termico.

Allora si può applicare la separazione su colonna (LLC) usando una mix eluente formata da esano/AcOET 8:2.

I calcoli necessari per determinare la quantità di silice usata si fanno in base ai grammi di mix ottenuta dopo la reazione. Teoricamente per ogni grammo di mix si devono usare 50 g di silice.