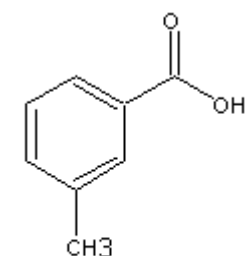


SINTESI DELLA N,N-DIETIL-m-TOLUAMMIDE (Autan)

REAZIONI:

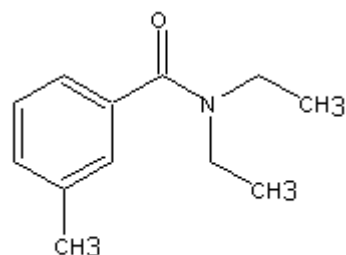
COMPOSTI INIZIALI:



acido m-toluico

Formula molecolare = $C_8H_8O_2$
 Massa molare = 136,148
 Densità = 1,151 +/- 0,06 g/cm³
 Indice di rifrazione = 1,556 +/- 0,02
 R20/21/22; S36

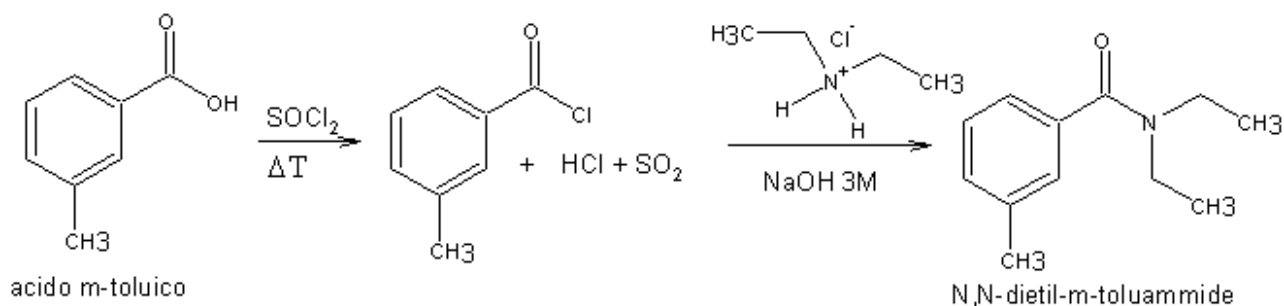
COMPOSTI FINALI:



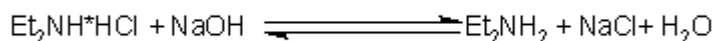
N,N-diethyl-m-toluamide

Formula molecolare = $C_{12}H_{17}NO$
 Massa molare = 191,270
 Densità = 0,985 +/- 0,06 g/cm³
 Indice di rifrazione = 1,517 +/- 0,02
 b.p. = 285 °C
 CAS 134-62-3
 R21/22-36/37/38; S26-36

REAZIONE:



REAZIONE DI EQUILIBRIO PER LIBERAZIONE AMMINA:



TAVOLE DEI REATTIVI

acido m-toluico	mm 136,148	2,05 g	15,06 mmoli	Cas 88-19-7	R20/21/22; S36
-----------------	------------	--------	-------------	----------------	----------------

SOCl ₂	mm 118,9	1,5 ml g	20,25 mmoli 10,125 le mmoli reagite	R34-14-20/21/22; S45-266-28-27- 36/37/39
NaOH 3M		20 ml	60 mmoli	R35; S26-37/39-45
Et ₂ NH*HCl	mm 109,6	1,5 g	13,7 mmoli	R36/37/38; S26-36
AcOEt		30 ml		R36/37/38; S16-33- 26-36/37/38

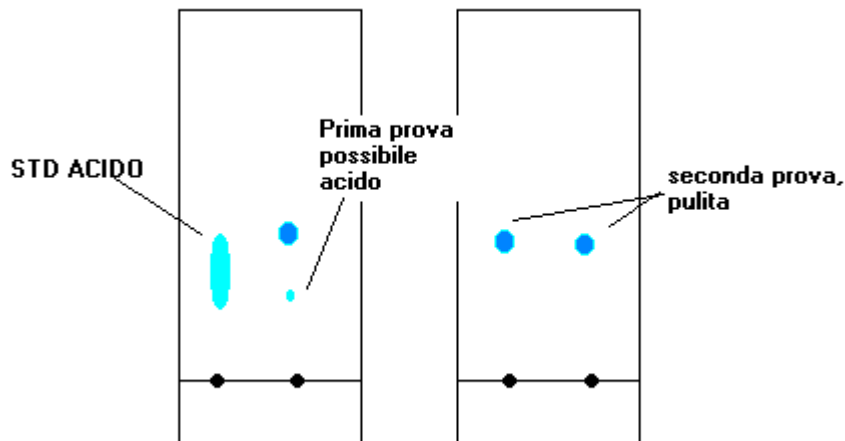
PROCEDIMENTO:

- Sintesi Cloruro Acilico: In un pallone da 50 ml perfettamente asciutto mettere l'acido m-toluico ed aggiungere con cautela il cloruro di tionile. Scaldare a lieve riflusso per 30 minuti, ponendo una valvola a CaCl₂ in cima al ricadere. Lasciare raffreddare tenendo il pallone contenente il cloruro acilico protetto con la valvola a CaCl₂ (ATTENZIONE bisogna evitare che penetri acqua in quanto potrei avere la reazione opposta a quella desiderata).
- Liberazione della dietilammina: Mentre si lascia raffreddare il cloruro acilico, aggiungere sotto agitazione magnetica alla NaOH 3M (preparata da quella al 32 % e posta in pallone da 250 ml) il cloridrato di dietilammina. Terminata l'aggiunta, gocciolare con una Pasteur il cloruro acilico nella soluzione dell'ammina, mantenuta sotto agitazione, lentamente, ma non troppo (~ 1 goccia al secondo). Terminato il gocciolamento, lasciare sotto agitazione per 10 minuti, poi a riposo per almeno 30' (tappare il pallone solo quando è freddo!!!)
- Estrazione: Trasferire la miscela in un imbuto separatore ed estrarre 2 volte con 15 ml di acetato di etile. Anidrificare su sodio solfato, filtrare l'anidrificante ed evaporare il solvente al rotavapor. Pesare il grezzo e verificarne la purezza per TLC.
- TLC: si verifica la purezza tramite TLC con una mix 9:1 CH₂Cl₂/AcOEt.

CONSIDERAZIONI PRATICHE

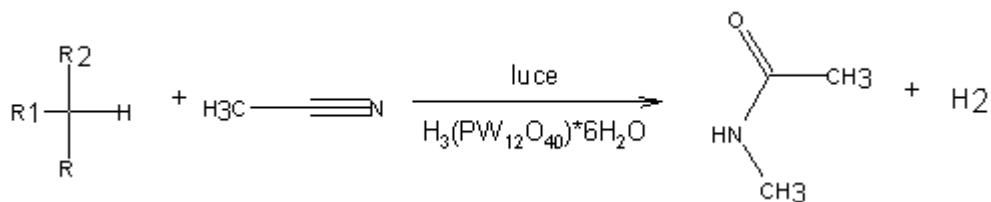
Il prodotto che ho ottenuto, verificato tramite una TLC è risultato piuttosto puro, non ho rilevato alcuna traccia dell'acido iniziale, quindi vuol dire che tutto il prodotto iniziale è reagito.

Ho rifatto due volte la TLC in quanto, nella prima, a fronte di una Standard di acido m-toluico ho notato una piccola macchia di quest'ultimo. Depositando altre due volte il mio prodotto finale le macchie precedenti sono scomparse. Probabilmente il falso risultato è dovuto a uno schizzo di std o a un inquinamento della lastrina, come si può vedere nella rappresentazione seguente.

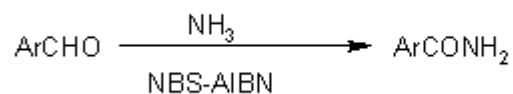


Elenco di seguito i possibili metodi di sintesi delle ammidi: alcune di queste sintesi non sono state trattate nei corsi, ho voluto inserirle lo stesso e in questo modo ho scoperto altri metodi più o meno validi per ottenere ammidi sostituite e non.

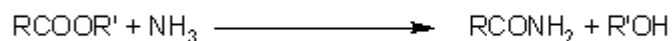
- AMMIDAZIONE E AMMINAZIONE A UN CARBONIO ALCHILICO:
Quando alcani con un idrogeno terziario sono trattati con luce ultravioletta in acetonitrile contenente un acido eteropolitungstenico, essi vengono ammidati.



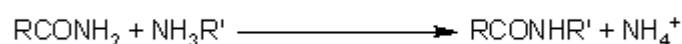
- CONVERSIONE DIRETTA DA ALDEIDI AD AMMIDI:
Aldeidi aromatiche e alifatiche si possono convertire nelle corrispondenti ammidi con ammoniaca o una ammina primaria e secondaria, in presenza di NBS e un contributo catalitico con AIBN (NCCMe_2N)₂



- ACILAZIONE DI AMMINE SU ESTERI CARBOSSILICI:



- ACILAZIONE DI AMMINE DA AMMIDI:



- ACILAZIONE DI AMMINE DA ANIDRIDI

