

Preparação de p-bromoacetanilida

O procedimento a seguir foi tirado do livro:

Textbook of practical Organic Chemistry, A.I. Vogel, 3ª edição em português);

IV,48. p-Bromoacetanilida

Dissolva 13,5 g de acetanilida finamente pulverizada em 45 ml de ácido acético glacial em um Erlenmeyer de 350 ml. Dissolva, em outro Erlenmeyer menor, 17 g (5,3 ml) de bromo em 25 ml de ácido acético glacial e transfira a solução para uma bureta ou um funil de separação armado sobre o balão. (Para as precauções no uso de bromo, ver Tópico III,35, *Nota 1*. A preparação deve ser conduzida em uma capela.) Adicione a solução de bromo, lentamente e com agitação constante, para assegurar mistura completa; deixe o balão em água fria. Quando todo o bromo tiver sido adicionado, a solução apresentará uma cor alaranjada devida ao ligeiro excesso de bromo; uma parte do produto reacional pode cristalizar. Deixe a mistura reacional final em repouso à temperatura ambiente por 30 minutos, com agitação ocasional. Derrame o produto reacional em 400 ml de água; lave o balão com cerca de 100 ml de água. Agite bem a mistura e, caso esta se apresente apreciavelmente colorida, adicione solução de bissulfito de sódio suficiente para remover a cor alaranjada. Filtre o precipitado cristalino com sucção em um funil de Buchner, lave completamente com água fria e seque-o tanto quanto possível, apertando com uma rolha de vidro larga. Recristalize com álcool metílico diluído ou álcool etílico (álcool metílico). Obtêm-se 18 g de p-bromoacetanilida, cristais incolores de p.f. 167°.

Observações:

Vocês podem partir de 3 g de acetanilida que preparam na aula passada. Façam os cálculos da redução de escala.

A solução de bromo em ácido acético já estará pronta na concentração mencionada acima (por razões de segurança).

Todas as etapas anteriores à adição de bissulfito ou metabissulfito de sódio devem ser conduzidas na capela. Usem luvas descartáveis. Obviamente, óculos de proteção, avental e demais itens de segurança.

A caracterização do produto será por PF e RMN de ^1H .