

ESEMPIO DI RELAZIONE

ATTENZIONE: CONTIENE DEGLI ERRORI

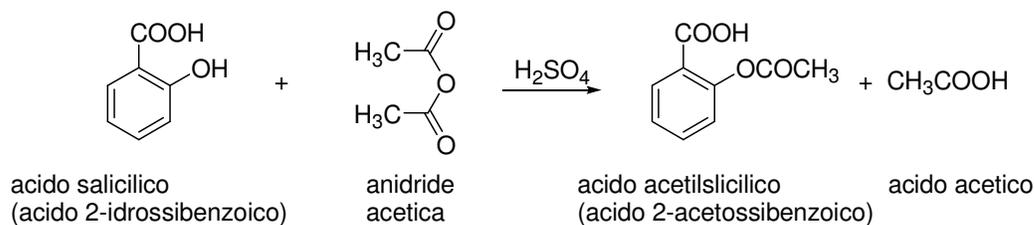
Studenti: xxxxxxxx, yyyyyyyy

Relazione sull'esperienza n°3

eseguita il 13 gennaio 2011

SINTESI DELL'ACIDO ACETILSALICILICO (ASPIRINA)

Scopo dell'esperienza: eseguire la reazione di esterificazione dell'acido salicilico, sintetizzando l'acido acetilsalicilico (aspirina).



Strumentazione utilizzata: pallone da 100 ml, bilancia analitica, sostegni e pinze ragno, imbuto separatore, burette da 50 ml, imbuto, vetrino d'orologio, cartina tornasole, bacchetta di vetro, spruzzette, ancoretta magnetica, piastra riscaldante, refrigerante, bagno ad acqua, buchner, becher, beute.

Reattivi: acido salicilico, anidride acetica, acido solforico, acqua, bicarbonato di sodio, acido cloridrico, acetato d'etile.

Procedimento: in un pallone da 100 ml munito di refrigerante a bolle e di ancoretta magnetica, si introducono l'acido salicilico (2.0 gr, 0.015 moli), l'anidride acetica (5 ml) e l'acido solforico concentrato (5 ml). La soluzione viene riscaldata a 100°C per dieci minuti con un bagno d'acqua e quindi lasciata raffreddare a temperatura ambiente. La cristallizzazione dell'aspirina viene indotta mediante sfregamento con una bacchetta di vetro. A cristallizzazione completa si aggiungono 50 ml di acqua ghiacciata ed il prodotto grezzo viene filtrato su filtro buchner, lavato più volte con acqua ghiacciata e seccato all'aria. Il prodotto grezzo viene messo in un becher da 150 ml e ridissolto in una soluzione satura di bicarbonato di sodio (25 ml), la miscela viene mantenuta in agitazione finché cessa qualsiasi segno di reazione. La soluzione basica viene filtrata su un buchner. Le acque madri vengono acidificate aggiungendo cautamente piccole porzioni di una soluzione fredda di HCl diluito (0.35:1). Ad ogni aggiunta viene verificato il valore del pH utilizzando una cartina tornasole e si interrompono le aggiunte quando si ottiene un valore di pH = 2 (per raggiungere tale valore abbiamo aggiunto circa 10 ml di soluzione).

Il solido ottenuto viene filtrato su buchner, lavato con poca acqua ghiacciata, seccato all'aria e pesato. Il nostro prodotto aveva un peso di 2,14gr.

$$n^{\circ} \text{ moli acido acetilsalicilico} = \text{grammi} / \text{PM} = 2,14 / 180,16 = 0,0118$$

$$\text{Resa \%} = n^{\circ} \text{ moli acido salicilico} / n^{\circ} \text{ moli acido acetil salicilico} \times 100$$

$$= 0,0118 / 0,01485 \times 100 = 79,46 \%$$

Il prodotto ottenuto viene ricristallizzato da acetato d'etile (non piu' di 2,3 ml) in una piccola beuta. Il solido ricristallizzato viene filtrato su buchner e pesato su una bilancia analitica. Si sono ottenuti 0,52 gr di prodotto. Viene determinata la resa della reazione dopo ricristallizzazione e il punto di fusione del prodotto.

Intervallo di fusione: 134°C – 136 °C (valore riportato p.f. 134-136°C)

$$n^{\circ} \text{ moli acido acetilsalicilico} = 0,52 / 180,16 = 0,00288$$

$$\text{Resa \%} = 0,00288 / 0,01485 \times 100 = 19,40\%$$

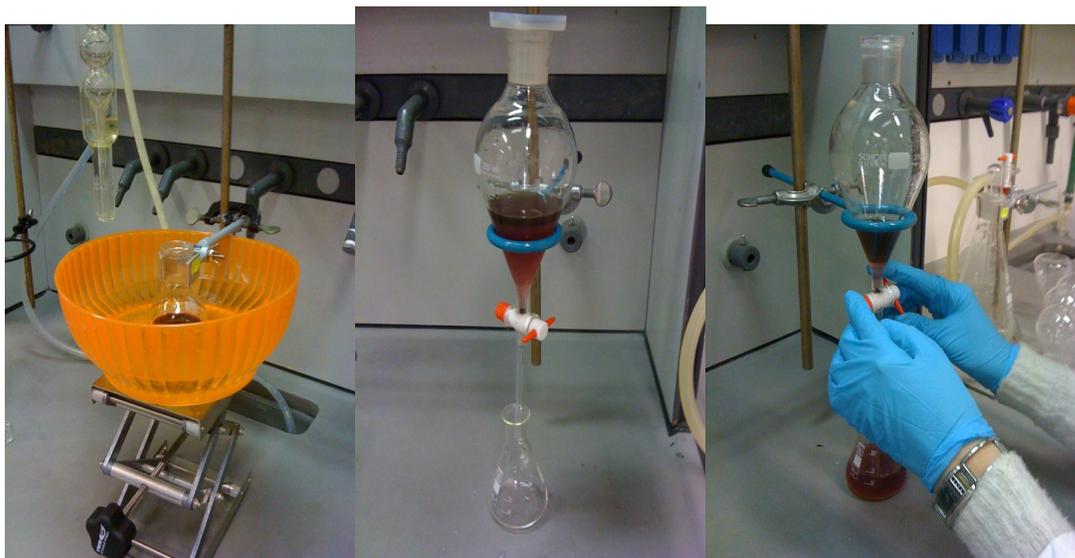


FOTO SCATTATE DURANTE L'ESERCITAZIONE IN LABORATORIO