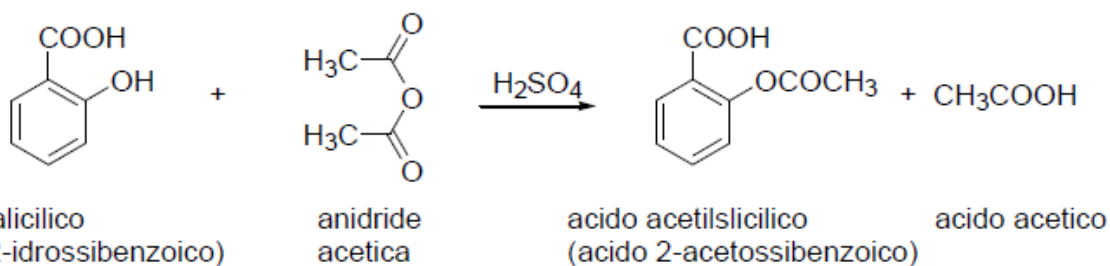


Esperienza 5

Sintesi dell'aspirina

Scopo dell'esperienza

Sintetizzare l'aspirina secondo la reazione riportata.

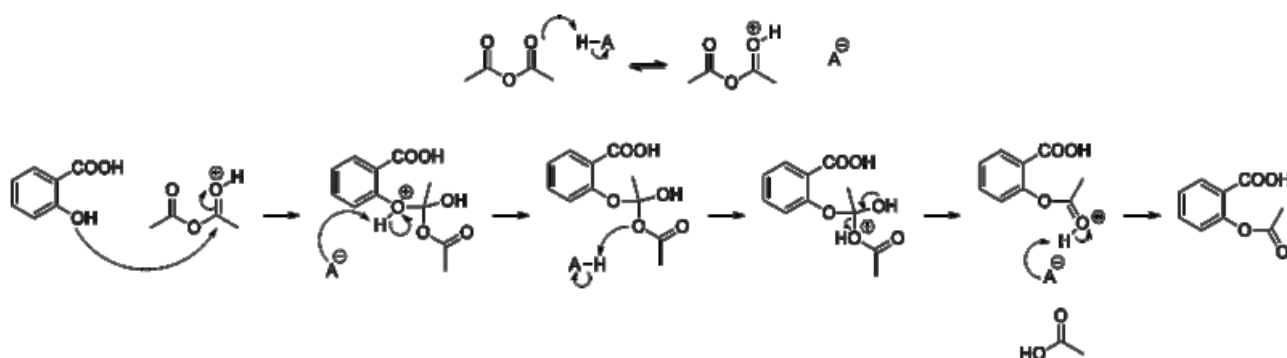


Minime note di sicurezza:

L'acido solforico concentrato va usato con massima cautela, è corrosivo e provoca gravi ustioni.

Minima introduzione

L'ultimo passaggio della sintesi dell'aspirina è l'acetilazione dell'acido salicilico. Per trasferire un gruppo acetile a dare l'estere, viene usata l'anidride acetica. Il meccanismo è riportato in figura. Il fenolo agisce da nucleofilo e attacca un carbonile dell'anidride; l'acido acetico esce come coprodotto e viene eliminato tramite lavaggi. Perché la reazione avvenga è necessaria la catalisi acida, per cui si aggiungono poche gocce di acido solforico (AH in figura).



L'aggiunta di acqua per spegnere la reazione serve ad idrolizzare l'anidride in eccesso, a dare acido acetico. I lavaggi servono a eliminare gli acidi (solforico e acetico). Il passaggio di purificazione con la base serve ad eliminare gli eventuali sottoprodotti insolubili in acqua in ambiente basico.

Materiali e reagenti

- Acido salicilico
- Anidride acetica
- Acido solforico

- Bicarbonato di sodio
- Acido cloridrico
- Acetato di etile

- (Ghiaccio)

Procedura:

- 1) In un pallone da 100 ml, munito di ancoretta magnetica, introdurre acido salicilico (2.0 g, 0.015 oli), anidride acetica (5 ml) ed acido solforico concentrato (5 gocce). La soluzione viene riscaldata a 100°C per almeno 10 min. (refrigerante, bagno ad acqua, contare i 10 minuti da quando il bagno inizia a bollire leggermente) e quindi lasciata raffreddare a temperatura ambiente.
- 2) Quando la cristallizzazione del prodotto è completa si aggiungono 50 mL di acqua ghiacciata ed il prodotto grezzo viene filtrato (su filtro Büchner), lavato 5 volte con acqua ghiacciata e quindi seccato all'aria.
- 3) Il prodotto grezzo viene quindi messo in un becker da 150 mL e ridisciolto in una soluzione satura di bicarbonato di sodio (25 mL), la miscela viene mantenuta in agitazione finchè cessa qualsiasi segno di reazione (il bicarbonato libera CO₂ quando reagisce).
- 4) Filtrare la soluzione basica su Büchner usando una beuta codata pulita (si filtra su Büchner per aiutarsi con la pompa da vuoto, ma diversamente dal solito per le filtrazioni su Büchner si vuole lavorare sulle acque madri e non sul solido) ed aggiungere al filtrato 10 ml di una soluzione fredda di HCl diluito (0.35:1) in piccole porzioni raffreddando a 0 °C in bagno di acqua e ghiaccio. Controllare che il pH sia acido, circa 2 ed eventualmente aggiungere altro acido.
- 5) Filtrare il solido ottenuto su Büchner, lavarlo con poca acqua ghiacciata, seccarlo all'aria [possible punto per fare pausa fino alla settimana successive]
- 6) Ricristallizzare il solido da acetato d'etile (non più di 2-3 mL) in una piccola beuta, usando la tecnica caldo-freddo.
- 7) Determinare il punto di fusione e calcolare la resa prima e dopo la cristallizzazione.

Acido salicilico : PM 138.12, p.f. 158-161°C

Anidride acetica: PM 102.09, d = 1.080 g/mL

Acido acetil salicilico: PM 180.16, p.f. 134-136°C