

## LABORATORIO DI CHIMICA ORGANICA II

Anno Accademico 2018-2019

## Esperienza #1: Preparazione del salicilato di metile

In un pallone da 100 ml con cono 29/32, sciogliere 9.7 g di acido salicilico in 25 ml di metanolo, se necessario scaldare debolmente agitando. Aggiungere cautamente (sotto agitazione e a piccole porzoni) 10 ml di acido solforico concentrato. (ATTENZIONE: Evitare con estrema cura qualsiasi contatto con l'acido solforico concentrato, che può causare gravi bruciature sulla pelle. Qualora esso sia venuto a contatto con la pelle o con gli abiti, lavare con molta acqua, aggiungendo eventualmente bicarbonato sodico per neutralizzare l'acido. Lavare immediatamente ogni goccia.) Dopo aver montato il condensatore a bolle e aggiunto un'ancoretta magnetica si riscalda a debole ricadere per 1 ora con bagno ad olio. Trascorso tale tempo la miscela di reazione viene lasciata raffreddare fino a temperatura ambiente. Solo quando è fredda la miscela viene trasferita in imbuto separatore da 100 o 250 ml ed estratta con CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> (2 volte con 25 ml). Le fasi organiche riunite vengono lavate con 20 ml di acqua, due volte con 20 ml di una soluzione al 5% di NaHCO<sub>3</sub> e ancora con 20 ml di acqua. Dopo anidrificazione su Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> anidro il solvente viene evaporato e il residuo ottenuto purificato per distillazione a pressione ridotta (pompa ad acqua).

## Eseguire la distillazione sul crudo riunito di due gruppi.

Calcolare la resa di prodotto ottenuto, registrare lo spettro IR.

- Riportare il meccanismo della reazione
- Se invece di sintetizzare l'estere avessimo voluto idrolizzarlo, in quali condizioni sperimentali avremmo dovuto operare?
- Commentare lo spettro IR confrontandolo con quello dell'acido benzoico, dell'acido salicilico e dell'aspirina.
- Come si può spiegare la posizione della banda attribuita al gruppo C=O rispetto alla posizione che ha nello spettro IR dell'acetato di etile? (1740 cm<sup>-1</sup>, dato preso da *J. Phys. Chem.* **1992**, *96*, 6217-6220).