

Laboratorio di Chimica Organica

Modulo del corso di Chimica Organica con Laboratorio

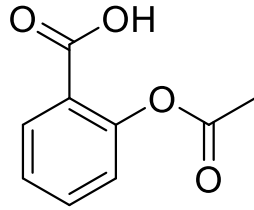
Prof. Federica Battistin

Dipartimento di Scienze Chimiche e Farmaceutiche - Edificio C11

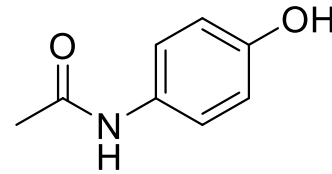
Via L. Giorgieri, 1 – 3° piano, stanza 331

Email: federica.battistin@units.it

Aspirina e Paracetamolo



Aspirina
Acido acetilsalicilico

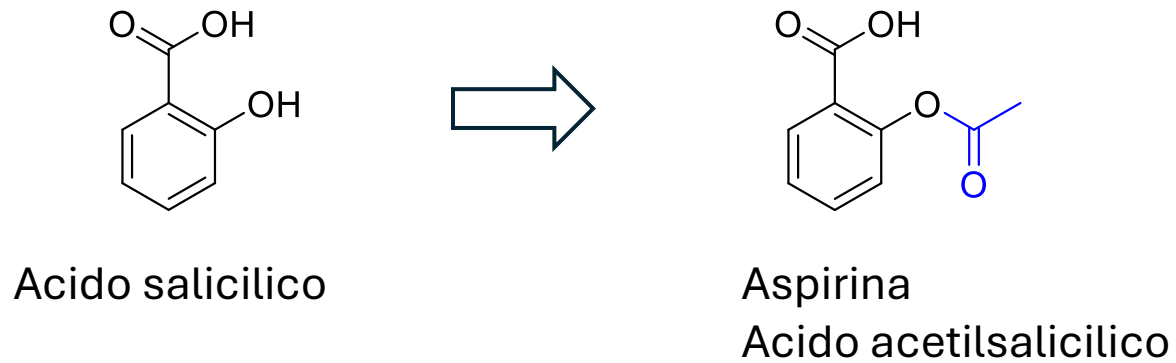


Paracetamolo
N-(4-idrossifenil)acetammide

Farmaci di uso comune, nati da sintesi organiche semplici.

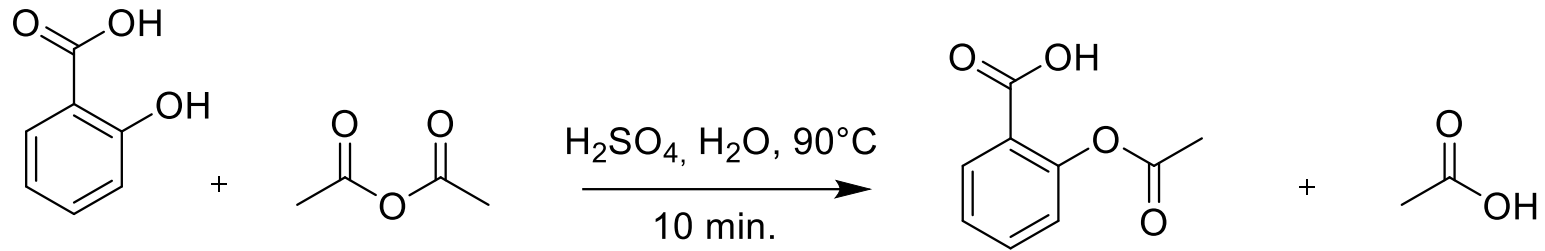
Aspirina

È un antinfiammatorio, antipiretico e analgesico.
Scoperta a partire dalla salicina estratta dal salice.



Hanno effetti terapeutici simili ma l'acido acetilsalicilico presenta meno effetti collaterali.

Sintesi Aspirina

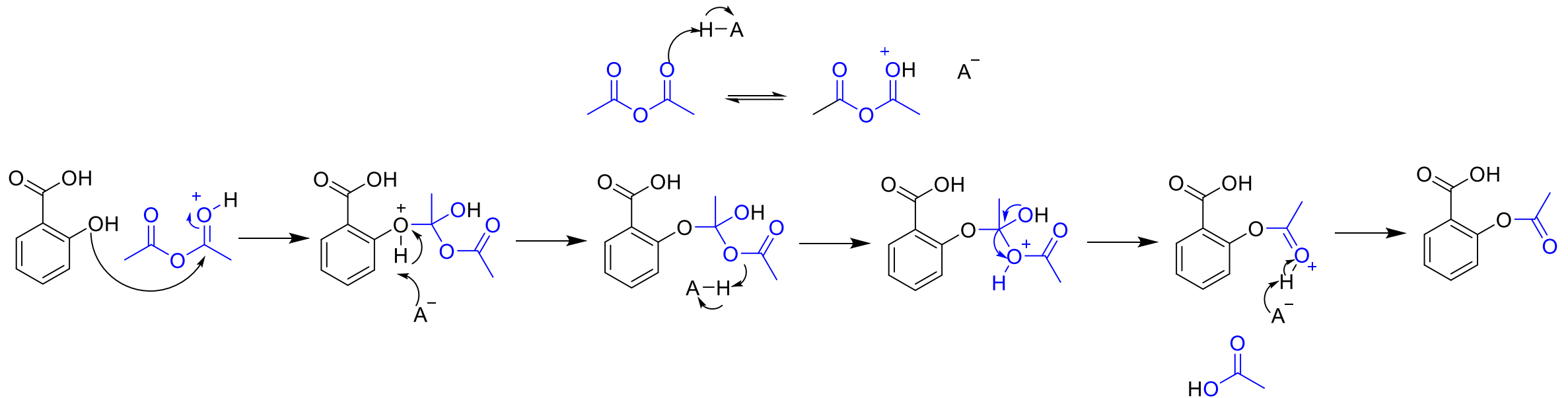


acido salicilico

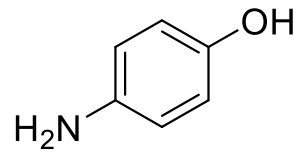
anidride acetica

acido acetilsalicilico

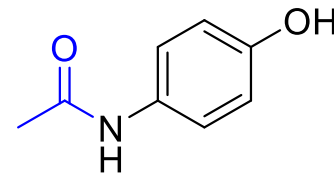
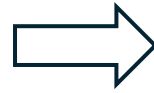
acido acetico



Paracetamolo

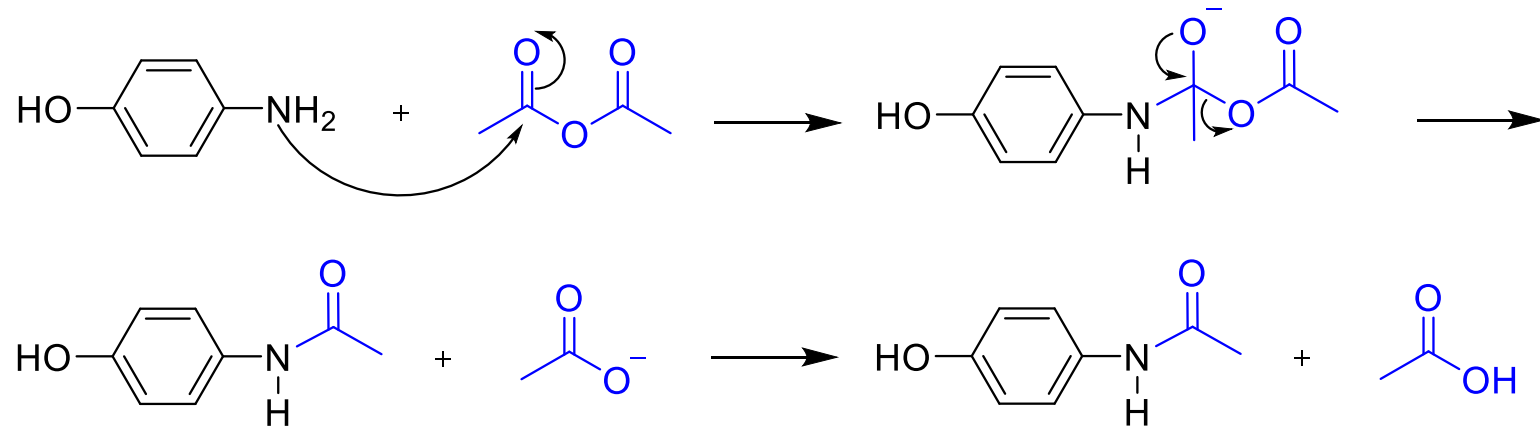
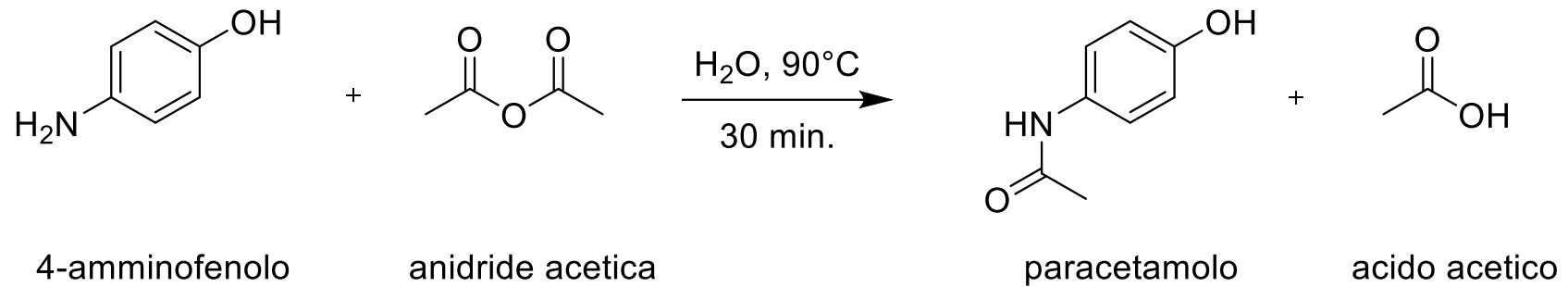


4-amminofenolo

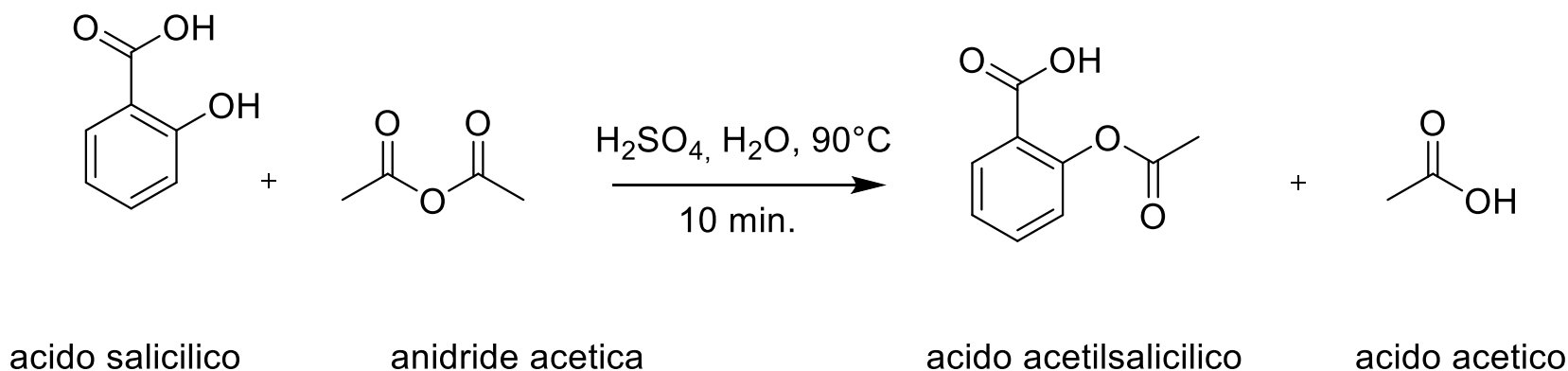


Paracetamolo
N-(4-idrossifenil)acetammide

Sintesi del Paracetamolo



Esperienza 6 – Sintesi Aspirina



In un pallone da 100 mL, munito di ancorotta magnetica, introdurre:

- 2 g acido salicilico (0.015 moli);
- 5 mL anidride acetica (5 mL);
- 5 gocce acido solforico concentrato.

Esperienza 6 – Sintesi Aspirina

La soluzione viene riscaldata a 100°C per almeno 10 min.

Connettere il pallone al **refrigerante** prima di scaldare: aprire l'acqua del refrigerante prima di scaldare.

Usare un **drysyn** per scaldare.

Contare i 10 minuti da quando il drysyn va in temperatura (o il bagno inizia a bollire leggermente) e quindi lasciata raffreddare a temperatura ambiente. Si forma un precipitato.



Refrigerante



Drysyn

Esperienza 6 – Sintesi Aspirina

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. Andate a prendere del ghiaccio e metteteci un becher con l'acqua mentre aspettate che cristallizzi.

Trasferire Il prodotto grezzo becker da 150 mL e ridisciolti in una soluzione satura di bicarbonato di sodio (25 mL), la miscela viene mantenuta in agitazione fino a quando cessa qualsiasi segno di reazione (il bicarbonato libera CO_2 quando reagisce).

Stiamo facendo reagire l'acido in eccesso e formando il sale (più solubile in acqua) per eliminare eventuali sottoprodotti polimerici insolubili in acqua.

Esperienza 6 – Sintesi Aspirina

Filtrare la soluzione basica su Büchner usando una beuta codata pulita

ATTENZIONE: in questo caso vogliamo recuperare il filtrato (la soluzione basica) e non il precipitato.

Si filtra su Büchner perché la filtrazione su filtro a pieghe (per gravità) dell'acqua è molto molto lenta. Per tanto ci aiutiamo con la pompa da vuoto per separare il precipitato (che non ci interessa) dal filtrato (che ci interessa).

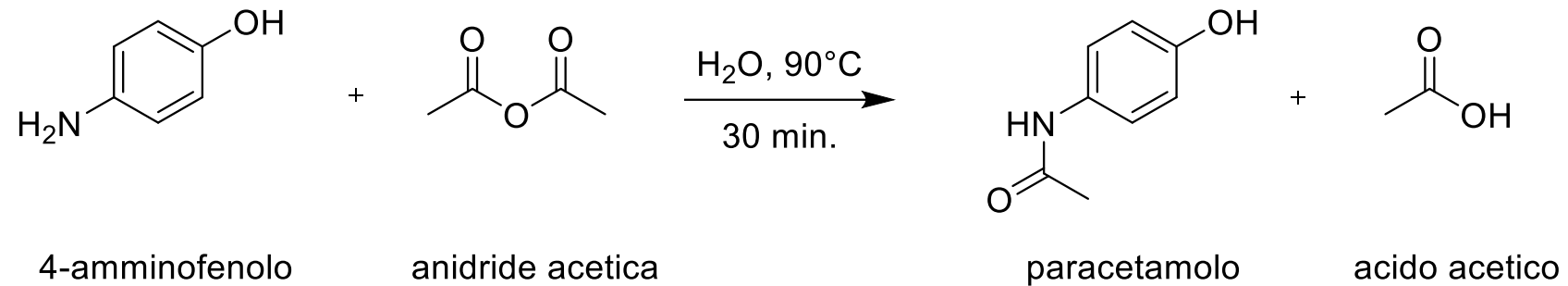
Esperienza 6 – Sintesi Aspirina

Aggiungere al filtrato (la soluzione) 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.

Filtrare il solido ottenuto su Büchner, lavarlo con poca acqua ghiacciata, seccarlo prima alla pompa e poi in stufa. Calcolare la resa.

Se compatibile con i tempi, determinare il punto di fusione.

Esperienza 7 – Sintesi paracetamolo



In un pallone da 100 mL, munito di ancorotta magnetica, introdurre

- 500 mg 4-aminofenolo (0.005 moli),
- 15 mL acqua distillata
- 0.75 mL anidride acetica.

Esperienza 7 – Sintesi paracetamolo

La soluzione viene riscaldata a 90°C per 30 min.

Usare un refrigerante, scaldare un bagno ad acqua o Drysin, contare i 30 minuti da quando il bagno arriva a 90°C, misurare con il termometro).

Lasciare raffreddare a temperatura ambiente e in seguito in un bagno a ghiaccio.

Quando la precipitazione del prodotto è completa il prodotto grezzo viene filtrato (su filtro Büchner), lavato 3 volte con acqua ghiacciata e quindi seccato all'aria.

Esperienza 7 – Sintesi paracetamolo

Qualora **non** si verificasse precipitazione aggiungere 50 mL di acqua ed estrarre (imbuto separatore) con etile acetato (3 volte con 15 mL), raccogliere la fase organica e seccare con Na_2SO_4 , filtrare ed evaporare al rotavapor.

Il prodotto ottenuto può essere ricristallizzato da una quantità minima di acqua bollente (se non si osserva formazione di cristalli raffreddare con ghiaccio e grattare il fondo del pallone con una bacchetta di vetro).

Determinare il punto di fusione.