

Chimica Organica

Relazione

Titolo

Sintesi dell'acido acetilsalicilico (aspirina)

Obiettivo

Preparare l'acido acetilsalicilico partendo da acido salicilico ed anidride acetica in ambiente acido

Prerequisiti

Esterificazione

Tecniche di cristallizzazione

Reagenti, Materiali, Attrezzature

Strumenti di misura:	<ul style="list-style-type: none">• Bilancia tecnica (s=1mg)• Pipetta da 10ml (s=0,2ml)• Cilindro graduato da 100ml (s=1ml)• Termometro (s=1°C)
Vetreteria:	<ul style="list-style-type: none">• Alcune Beute da 250ml• 1 Becker da 800ml per bagnomaria• 1 Pipetta semplice• 1 Imbuto Buchner con beuta da vuoto• 1 Capsula in porcellana
Materiale di consumo:	<ul style="list-style-type: none">• 5g Acido salicilico• 7ml Anidride acetica (d=1,082g/ml)• Gocce Acido solforico concentrato 96%• 15ml Acido acetico glaciale
Altro:	<ul style="list-style-type: none">• Becco Bunsen e Treppiedi• Filtro di carta rapido

Procedimento

Sintesi

Per la sintesi dell'aspirina si sfrutta la reazione fra acido salicilico e anidride acetica. In realtà la reazione avviene anche in presenza di acido acetico ma con l'anidride acetica la resa è maggiore. La reazione viene catalizzata da ambiente acido per acido solforico.

Si pesano quindi 5g di acido salicilico e si portano in una beuta pulita e asciutta: a questo si aggiungono lentamente e con cautela, operando sotto cappa, 7ml di anidride acetica e qualche goccia di acido solforico concentrato. Con l'aiuto del termometro si mescolano bene i reagenti quindi si lascia reagire mescolando bene e continuamente per 15min. La reazione deve avvenire ad una temperatura fra i 50°C e i 60°C per questo si usa il bagnomaria.

Il prodotto principale di questa reazione è l'acido acetilsalicilico ma si forma anche come sottoprodotto l'acido acetico (la sua presenza è evidente a causa della formazione di vapori irritanti dell'acido). È quindi consigliabile operare sotto cappa aspirante. Al termine del tempo necessario allo svolgimento della reazione si lascia raffreddare lentamente fino a temperatura ambiente quindi si aggiungono lentamente e mescolando di continuo 75ml di acqua distillata più fredda possibile per iniziare la separazione dell'acido acetilsalicilico, poco solubile a freddo. Si mette quindi la beuta in un bagno di ghiaccio per circa 15~20min o fino a che la temperatura interna sfiora i 5°C quindi si filtra su imbuto buchner.

La sostanza raccolta viene fatta essiccare più possibile sull'imbuto quindi viene posta in un recipiente per la successiva cristallizzazione.

Purificazione per cristallizzazione

Al filtrato dopo la sintesi vengono aggiunti 30ml una soluzione 50:50 di acido acetico glaciale ed acqua distillata (15ml acqua distillata e 15ml di acido acetico glaciale). Si scalda sempre a bagno maria fino a completo scioglimento del solido (sempre a temperatura controllata, che non deve assolutamente superare i 60°C per evitare la decomposizione dell'acido acetilsalicilico). Una volta disciolto tutto si pone in un bagno di ghiaccio e si attende qualche minuto fino a cristallizzazione ultimata. Si filtra su imbuto buchner raccogliendo bene tutto il solido dal recipiente di cristallizzazione e lavando il filtrato con qualche millilitro di acqua distillata raffreddata nel bagno di ghiaccio. La cristallizzazione può essere effettuata anche più volte se si vuole ottenere un prodotto più puro ma con conseguente perdita del peso come resa finale di prodotto.

Si attende qualche giorno per la completa disidratazione del solido quindi si pesa il prodotto finale per determinare la resa della sintesi.

Dati Sperimentali

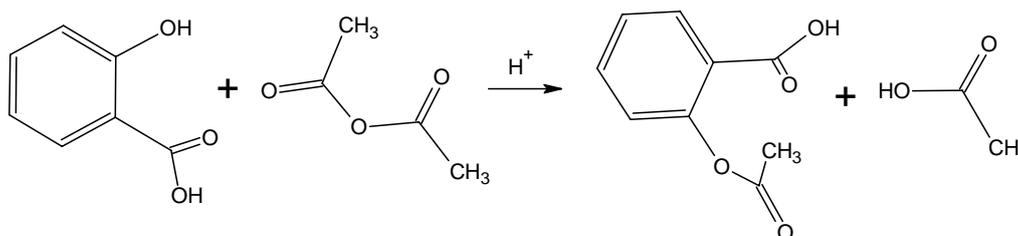
Quantità iniziale acido salicilico: 5,003g

Quantità iniziale anidride acetica: 7ml

Peso finale dopo cristallizzazione: 5,659g

Elaborazione Dati

Reazione Globale



Calcoli per la resa

$$mol_{AcSalicilico} = \frac{g}{MM} = \frac{5,003g}{138,121 \frac{g}{mol}} = 0,03622mol$$

$$mol_{AnidrideAcetica} = \frac{7ml \cdot 1,082 \frac{g}{ml}}{102 \frac{g}{mol}} = 0,0743mol$$

Dai calcoli risulta essere in eccesso l'anidride acetica: il reagente limitante è l'acido salicilico.

$$grammi^T_{AcAcetilSalicilico} = 0,03622mol \cdot 180,157 \frac{g}{mol} = 6,52g$$

Dalla reazione di 5,003g di acido salicilico si sarebbero dovuti formare 6,52g di acido acetilsalicilico. Noi ne abbiamo pesato 5,659g. La resa della reazione dopo la purificazione per cristallizzazione è:

$$Resa_{\%} = \frac{g^P}{g^T} \cdot 100\% = \frac{5,659g}{6,52g} \cdot 100\% = 86,79\%$$

Osservazioni

Questa esperienza è stata ripetuta due volte a causa di un errore nel dosaggio di acido solforico che aveva compromesso la riuscita della reazione.

Il risultato ottenuto è stato effettuato mediante sintesi e cristallizzazione singola. Calcolando che il prodotto ottenuto non è completamente anidro la resa può essere stata compromessa anche da una non buona cristallizzazione in bagno di ghiaccio.