

PRÀCTICA 5.5

PREPARACIÓ D'UN ESTER: ÀCID ACETIL SALICÍLIC (ASPIRINA)

– Introducció teòrica

L'aspirina és el fàrmac que major ús ha rebut en la societat moderna. El nom d'aspirina deriva de la seva composició, àcid acetilsalicílic. Antigament l'àcid salicílic es coneixia com àcid spiraeic i per tant l'àcid acetilspiraeic es deriva el nom **aspirina**. l'aspirina és l'analgèsic més utilitzat arreu del món; i per aquesta raó s'utilitza en moltes preparacions i en conjunt amb un gran número d'altres medicaments. L'àcid salicílic és també un analgèsic, però el seu ús té efectes secundaris.

Per tractament d'aquest àcid amb anhidrid acètic s'obté l'àcid acetilsalicílic, tan eficaç com el primer però amb pocs o cap efecte secundari.

– Fonaments

Pel que fa a la **filtració** i a la **cromatografia**, us suggerim adreçar-vos a pràctiques anteriors si interessa saber els seus fonaments teòrics.

– Objectiu

L'objectiu d'aquesta pràctica és sintetitzar l'àcid acetilsalicílic (aspirina), a partir de la reacció entre l'àcid salicílic i un excès d'anhidrid acètic.

– Materials – Reactius

- baló de 100ml – àcid salicílic
- pipeta Pasteur – anhidrid acètic
- Tetina – H₂SO₄
- tubs de goma – H₂O destil·lada
- paper de filtre
- embut de Büchner
- kitasato
- placa calefactora
- aparell per mesurar punt de fusió
- placa cromatogràfica
- caixa amb raig UV
- refrigerant

- vidre de rellotge
- peus, nous i braços
- probeta de 10ml
- agitador de vidre
- espàtula
- guants i ulleres sempre importants!!

- Metodologia

Primer pesem 2g d'àcid salicílic en un vidre de rellotge i l'afegim al baló de 100ml. Seguidament mesurem 4 ml d'anhidrid acètic en una probeta de 10ml i també ho posem al baló amb l'àcid salicílic, agitem perquè quedi ben barriat. En aquest punt vam afegir a la dissolució tres gotes d'àcid sulfúric, utilitzant una pipeta Pasteur i fent l'operació en la campana degut a la perillositat d'aquesta substància, a la vegada que agitem per homogeneïtzar-la. A continuació escalfem tota la dissolució al bany Marí, encaixant un refrigerant sobre el baló.

Arribats els 100°C, deixem escalfar 5 minuts més i després afegim 2ml d'aigua pel refrigerant d'una manera lenta, ja que es produirà una reacció química violenta que podria esquitxar. Tot seguit escalfem la dissolució uns minuts més, i després la deixem refredar fins a una temperatura compresa entre 50 i 70°C. Després afegim 40ml d'aigua mesurats en la probeta de 100ml i deixem refredar fins que cristal·litzi (per que aquesta operació fos més ràpida, vam posar el baló en un bany de gel).

A continuació filtrem l'aspirina que ha precipitat en un Büchner, netegem el filtrat amb aigua i ho deixem estar uns minuts perquè caigui tota l'aigua possible. Després ho traspassem a una placa de porcellana i ho deixem assecar a l'estufa perquè s'evapori l'aigua que ha quedat.

Finalment, pesem el precipitat i identifiquem el producte obtingut pel càlcul del seu punt de fusió i per cromatografia en capa fina.

Per realitzar la cromatografia en capa fina, vam dissoldre en acetat d'etil una mostra de l'aspirina obtinguda i de l'àcid salicílic inicial. Vam posar un parell de gotes de cada dissolució a la placa cromatogràfica i després vam posar-la a la cubeta amb diclorometà uns quinze minuts.

- Resultats i discussió

tara del vidre de rellotge ----- 12,644g.

Aspirina : 2,2g.

Pes de vidre de rellotge + aspirina ----- 14,844g

· Punt de fusió:

- a. Acetil salicílic obtingut = 80°C
- a. Acetil salicílic real = 134~136°C

Com es pot veure, aquest resultat experimental és francament sorprenent. No hem trobat cap explicació possible, ja que el producte obtingut és realment bo.

Pel que fa al **rendiment** de la reacció, es calcula respecte al reactiu limitant de la reacció (feta més abans), que en aquest cas és l'àcid salicílic.

Mirarem doncs el grs d'aspirina que hauriem d'haver obtingut teòricament...

1 mol

2g a. Salicílic $\times = 1,4493 \cdot 10^{-2}$ mols d'àcid salicílic

138 g

1 mol aspirina

$1,4493 \cdot 10^{-2}$ mols d'àcid salicílic $\times = 1,4493 \cdot 10^{-2}$ mols d'aspirina

1 mol a. sal.

180 g

$1,4493 \cdot 10^{-2}$ mols d'aspirina $\times = 2,609$ g d'aspirina

1 mol

Ara per tant només cal dividir...

2,2 g obtinguts

Rendiment $= \times 100 = 84,32 \%$

2,609 d teòrics

.- Placa cromatogràfica:

- Qüestions

Escriu la reacció que s'ha produït

La reacció té lloc segons un mecanisme d'addició nucleòfila sobre el carboni no saturat de l'àcid salicílic:

Quin és el reactiu limitant?

1 mol 1 mol anhídrid

2g a. salicílic $\times \times = 1,4493 \cdot 10^{-2}$ mols anhídrid

138 g 1 mol a. salicílic

i necessitem aquests mols d'anhídrid perquè reaccionin els 2g !!!!

1,08 g 1 mol

4 ml anhídrid $\times \times = 4,235 \cdot 10^{-2}$ mols anhídrid dels que

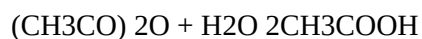
1 ml 102 g disposem

El reactiu limitant és l'àcid salicílic, ja que l'anhídrid acètic està en excès.

Per a què serveix l'àcid sulfúric?

L'àcid sulfúric és un catalitzador, és a dir, fa que la reacció es produexi amb més rapidesa.

En l'addició d'aigua en calent es produeix una reacció una mica violenta, aquí es destrueix l'excès de reactiu. Quina reacció és?



Anhídrid acètic Aigua Àcid acètic

– Bibliografia

- HD.DURST, G.W.GORKEL , Química orgánica experimental , Ed. Reverté
- R.KEESE, R.K.MÜLLER,..., Métodos de laboratorio para Química Orgánica , Ed. Limusa.