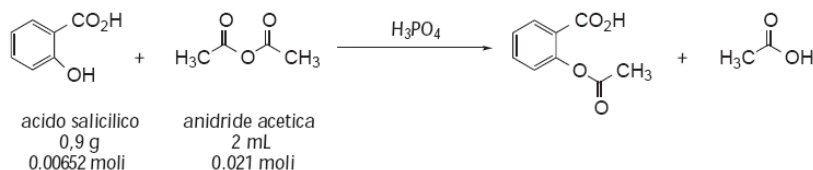


## Preparazione dell'acido acetilsalicilico (aspirina)

Lo scopo di questo esperimento è di sintetizzare dell'aspirina (acido acetilsalicilico) dall'acido salicilico e dall'anidride acetica.



Il reagente limitante è l'acido salicilico. La quantità teorica di acido acetilsalicilico è 1.17 g.

Caratt.fisiche:*	PM	p.f.	p.eb.	d (g/mL)	Frasi R	Frasi S
acido salicilico	138	157-9°	—	—	21/22 - 36	26
acido acetilsalicilico	180	135-6°	—	—		
anidride acetica	102	—	138°	1.08	10 - 34	16 - 26
acido acetico	60	—	117-8°	1.049	10 - 35	2 - 23 - 26
acido fosforico 85%	98	—	—	1.84	34	26
alcol etilico	88	—	77°	0.90	11	7 - 16

\*Dati ricavati da CRC, 70<sup>a</sup> ed.

### Calcoli:

0,9 g di acido salicilico (1 mole/138 g) = 0.0065 moli

2 mL di anidride acetica (1.08 g/mL) = 2,14 g poi,

2,14 g (1 mole/102 g) = 0,021 moli

così l'acido salicilico è presente in minor quantità molare ed è il reagente limitante

perciò la quantità teorica di acido acetilsalicilico è di 0.0065 moli,

0,0065 moli (180 g/mole) = 1,17 g

### Principi teorici

La sintesi dell'acido acetilsalicilico si basa su di una SOSTITUZIONE NUCLEOFILA ACILICA

Il nucleofilo è l'ossigeno fenolico dell'acido salicilico, che attacca il carbonile dell'anidride acetica. L'OH fenolico non è un buon nucleofilo e da solo non darebbe reazione con l'anidride. Va quindi aggiunto un acido, in grado di protonare l'anidride, fungendo così da catalizzatore.

### Procedimento

Tratto da "Chimica Organica, Biochimica e laboratorio"  
G. Valitutti, G. Fornari, M.T. Gando (modificato)

- 1) Porre in una provetta 0,9 g di acido salicilico, 2 mL di anidride acetica e 4 gocce di acido fosforico all'85%
- 2) Si riscalda in un becher con acqua a 70-80 °C per 15'
- 3) Alla soluzione calda si aggiungono 6 mL d'acqua e si
- 4) Appena il prodotto inizia a cristallizzare, si pone la provetta in un bagno a ghiaccio
- 5) Si filtra l'aspirina impura su Buchner
- 6) Si scioglie il prodotto in 10 mL di etanolo caldo e si versa la soluzione ottenuta in 30 mL d'acqua molto fredda. Si separerà un solido; allora si riscalda di nuovo fino a completa solubilizzazione. Poi si lascia raffreddare: si separeranno dei cristalli aghiformi di aspirina. Filtrare su Buchner.
- 7) Determinare resa e punto di fusione (teorico 135°C)

### Dati e osservazioni

- 1) Quando si mescolano i reagenti, ci vuole un po' di tempo affinché l'acido salicilico vada in soluzione. E' necessario ottenere una soluzione limpida.
- 2) Ho protrato il riscaldamento per altri 10 minuti.
- 3) Dopo aver aggiunto l'acqua e atteso il raffreddamento, non ho visto subito i cristalli di aspirina. Allora ho raschiato l'interno della provetta con una bacchetta di vetro e dopo alcuni minuti ho visto precipitare l'acido acetilsalicilico.
- 4) Ho raccolto una buona quantità di piccoli cristalli, leggermente giallastri.
- 5) Ho lasciato asciugare per 10 minuti, con l'eiettore in funzione
- 6) Per ottenere una buona resa ho raccolto accuratamente l'aspirina impura con una spatola, versandola in un becher da 50 mL. Nel frattempo ho scaldato con una piastra termica l'etanolo, in modo che fosse molto caldo. Non ho incontrato difficoltà nel portare in soluzione il preparato. Dopo un lento raffreddamento, in modo da ottenere dei cristalli grandi, ho messo il becher in ghiaccio per 10'.
- 7) prodotto + filtro: g  
filtro: \_\_\_\_\_g  
prodotto : \_\_\_\_\_g  
resa %: = \_\_\_\_\_%  
punto di fusione teorico = \_\_\_\_\_ °C