

Instrukcja do ćwiczenia nr 1

SYNTEZA I IDENTYFIKACJA KWASU ACETYLOSALICYLOWEGO (ASPIRYNY)

A. Informacje wstępne

Celem ćwiczenia jest:

1. przeprowadzenie syntezy kwasu acetylosalicylowego z kwasu salicylowego,
2. oczyszczenie surowego produktu poprzez krystalizację.

Przed przystąpieniem do ćwiczenia należy zapoznać się z zagadnieniami:

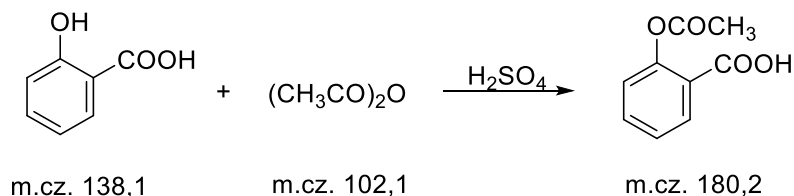
1. typ reakcji i jej mechanizm: reakcja acylowania fenoli,
2. techniki laboratoryjne: sączenie pod zmniejszonym ciśnieniem, krystalizacja,
3. przepisy bhp związane z wykonywanym ćwiczeniem, a w szczególności z pracą z bezwodnikiem octowym oraz stężonym kwasem siarkowym.

W przypadku polania się kwasem siarkowym lub bezwodnikiem octowym należy natychmiast miejsce to przemyć dużą ilością zimnej wody.

Zaliczenie kolokwium z tych zagadnień jest warunkiem nieodzownym do rozpoczęcia ćwiczenia.

B. Wykonanie ćwiczenia

1. Schemat reakcji:



2. Sprzęt: kolba stożkowa o poj. 100 cm³, zlewka o poj. 200 cm³, termometr, zestaw do ogrzewania pod chłodnicą zwrotną, zestaw do sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem, łaźnia wodna.

3. Odczynniki: kwas salicylowy, bezwodnik octowy, stężony kwas siarkowy, etanol.

4. Sposób wykonania ćwiczenia:

Uwaga: ćwiczenie należy wykonywać pod dygestorium.

W kolbie stożkowej o poj. 100 cm³ umieszcza się 10 g (0,072 mola) kwasu salicylowego, 14 cm³ (15 g; 0,147 mola) bezwodnika octowego i dodaje się pipetą 5 kropli stężonego kwasu siarkowego (VI), mieszając przy tym staranie zawartość kolby ruchem wirowym. Następnie mieszaninę ogrzewa się w łaźni wodnej o temp. 50-60°C. Temperaturę utrzymuje się w tym zakresie przez 15 min, mieszając cały czas zawartość kolby bagietką szklaną. Mieszaninę reakcyjną chłodzi się, co pewien czas mieszając. Schłodzoną mieszaninę wylewa się do zlewki zawierającej 150 cm³ wody, mieszając intensywnie bagietką szklaną. Wydzielony kwas acetylosalicylowy odsącza się na lejku sitowym. Otrzymany produkt oczyszcza się przez ogrzanie do wrzenia z 30 cm³ etanolu i wylanie gorącego

roztworu do 75 cm³ ciepłej wody [I]. Gdyby wypadł osad, mieszaninę należy ogrzać do rozpuszczenia i pozostawić przezroczysty roztwór do powolnego ochłodzenia. Wypadają wówczas igielki czystego kwasu acetylosalicylowego. Osad sący się na lejku sitowym. Masa czystego produktu powinna wynosić ok. 11 g (85% wyd. teoret.), a temp. topnienia 135-136°C [II].

Uwagi:

[I] Podczas krystalizacji nie należy zbyt długo ogrzewać roztworu, gdyż w tych warunkach ulega on częściowemu rozkładowi.

[II] Kwas acetylosalicylowy podczas ogrzewania ulega rozkładowi i dlatego nie wykazuje ostrej temp. topnienia. Temp. rozkładu związku waha się w zakresie 128-135 °C.

Piśmiennictwo: A. I. Vogel: Preparatyka organiczna. WNT, Warszawa 1984, s. 710.

Po wykonaniu ćwiczenia oczyszczony produkt należy przekazać prowadzącemu ćwiczenia. Do zaliczenia preparatu wymagane jest aby wydajność praktyczna wyniosła co najmniej 40%.

5. Utylizacja odpadów:

Roztwór po przesączeniu preparatu należy przelać do kwaśnych zlewek wodno-organicznych.

C. Sporządzenie raportu.

Raport z wykonanego ćwiczenia należy sporządzić w formie pisemnej po wykonanym ćwiczeniu według obowiązującego wzoru i oddać prowadzącemu najpóźniej tydzień po skończonym ćwiczeniu.

D. Ocena ćwiczenia

Aby zaliczyć ćwiczenie, należy zdać kolokwium, wykonać ćwiczenie oraz oddać raport.