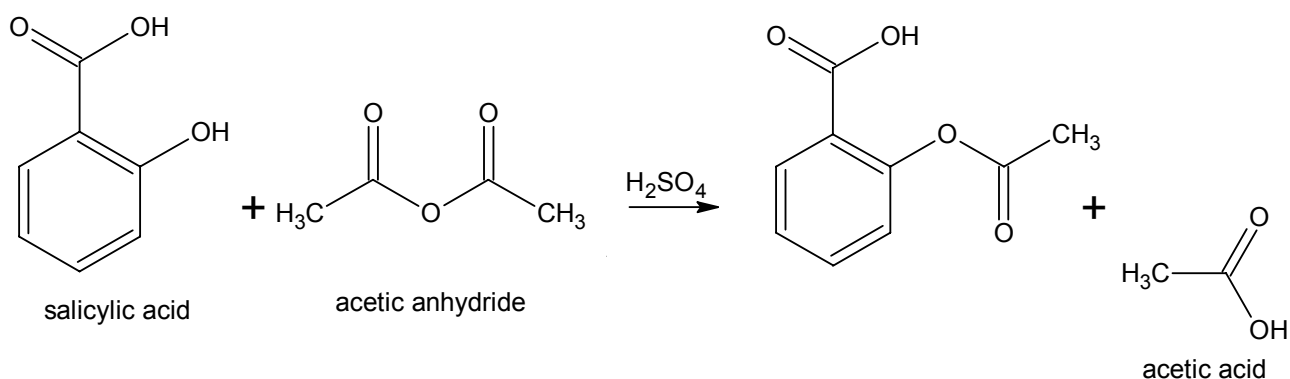


SINTESI ACIDO ACETIL SALICILICO (ASPIRINA)

Reazione

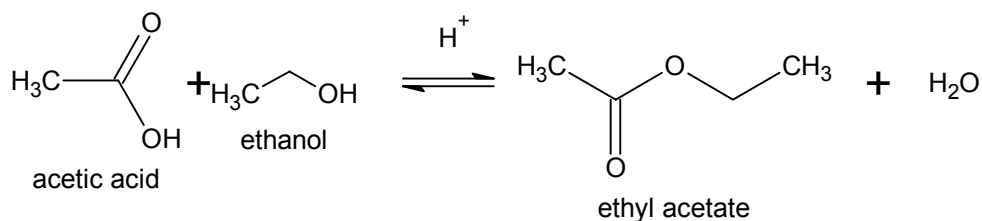


Procedimento

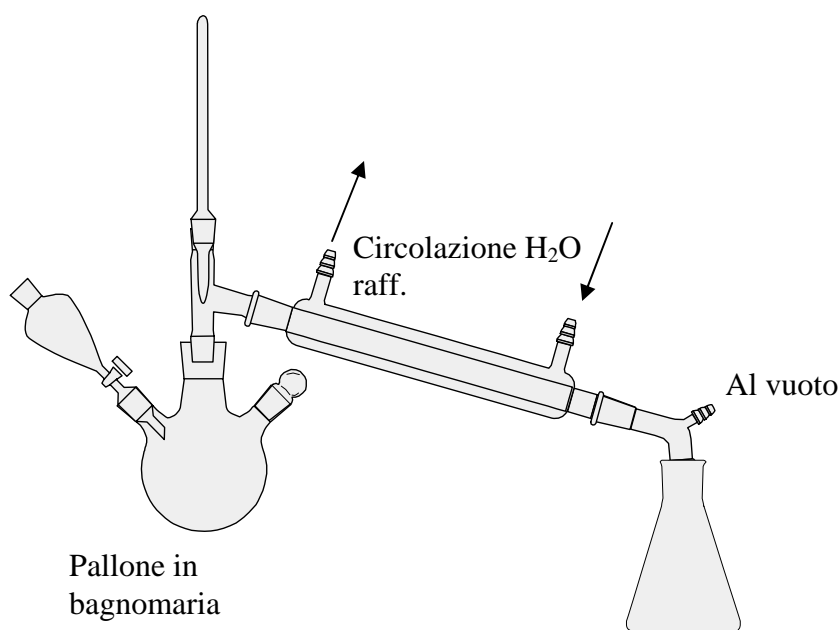
In una beuta da 250cc si pongono 5 g di acido salicilico, si aggiungono 3-4 gocce di H_2SO_4 concentrato e si pongono, sotto cappa, 7 cc di anidride acetica. Si inserisce un'ancoretta e si pone a riscaldare in bagnomaria su piastra per 15 min a $50-60^\circ\text{C}$. Si lascia raffreddare a temperatura ambiente, si aggiungono 70-80 cc di acqua distillata e si pone in bagno di ghiaccio, tenendo sotto leggera agitazione e sfregando le pareti con una bacchetta di vetro per favorire la precipitazione. Ottenuto il precipitato si filtra su buchner. Si ricristallizza a caldo con una soluzione di 20 cc di alcol etilico e 30 di H_2O . Si raffredda in bagno di ghiaccio, si filtra su buchner con filtro pesato, si lascia asciugare in stufa e si calcola resa e punto di fusione ($138-140^\circ\text{C}$).

SINTESI ACETATO DI ETILE

Reazione



Apparecchiatura



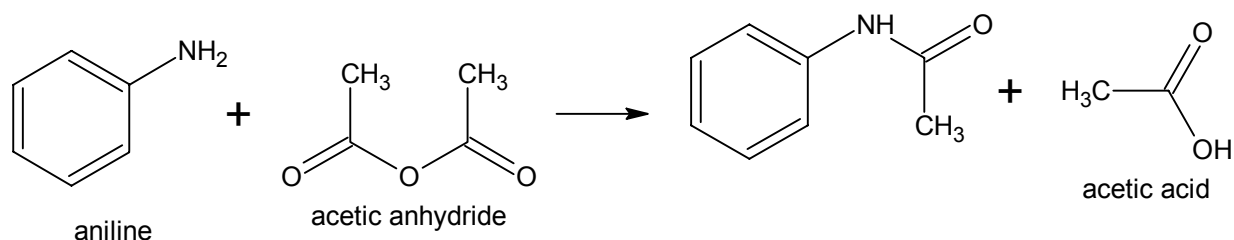
Procedimento

Si pongono in un pallone 40 cc di CH_3COOH + 12 cc H_2SO_4 conc. + pietra pomice.

In un imbuto gocciolatore si pongono 35 cc di CH_3COOH + 65 cc di $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$. Si procede al riscaldamento del pallone fino ad ebollizione del contenuto. Si stabilizza la temperatura e si procede allo sgocciolamento del contenuto dell'imbuto. Il gocciolamento deve essere lento, per permettere alla sostanza di evaporare e condensarsi nella beuta, in modo da spostare l'equilibrio. Si procede fino a completamento del reagente. Si prosegue con la distillazione. Terminata la distillazione si pone il distillato in un imbuto separatore e si elimina la fase acquosa, estraendo l'estere con 5 aliquote da 20 cc di una soluzione di Na_2CO_3 al 20%. La fase organica viene filtrata su filtro a pieghe con una spatolata di CaCl_2 sul fondo per disidratarlo.

SINTESI ACETANILIDE

Reazione

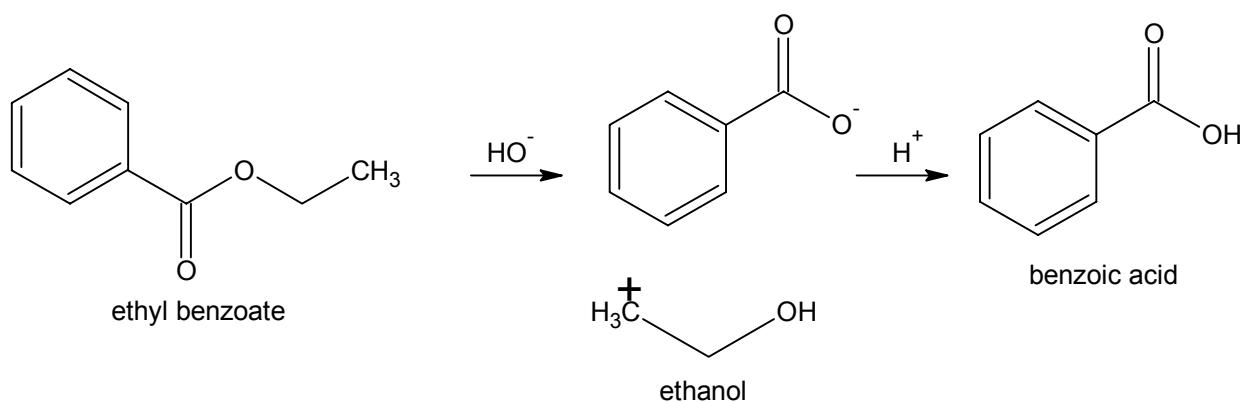


Procedimento

In un becher da 600cc si pongono 250 cc di H₂O, 9,2 cc di HCl concentrato e, dopo agitazione, 10 cc esatti di anilina. Si agita accuratamente fino a completa solubilizzazione dell'anilina e si aggiunge una spatolata di carbone decolorante. Si porta a 50°C, con la piastra, per 5-10 min. si filtra a caldo su filtro a pieghe. Al liquido filtrato si aggiungono 13 cc di anidride acetica, tenendo sotto costante agitazione. Si versa immediatamente la soluzione in una beuta contenente una soluzione di acetato di sodio (19g di sale in 60 cc di H₂O). si agita e si raffredda in bagno di ghiaccio. Si filtra su buchner, lavando i cristalli con le acque madri. Si trasporta l'acetanilide in una beuta e si ricristallizza con una soluzione bollente di 250cc di H₂O e 5 cc di CH₃OH. Se non si solubilizzasse completamente riscaldare per qualche minuto fino a soluzione limpida. In caso di soluzione bruna filtrare rapidamente su filtro a pieghe. La soluzione purificata si raffredda in bagno di ghiaccio. Si filtra sotto vuoto lavando i cristalli con H₂O ghiacciata. Si spremono i cristalli con un tappo di vetro e si lasciano asciugare in stufa a 30-40°C. Si calcola la resa e il punto di fusione.

IDROLISI DEL BENZOATO DI ETILE

Reazione

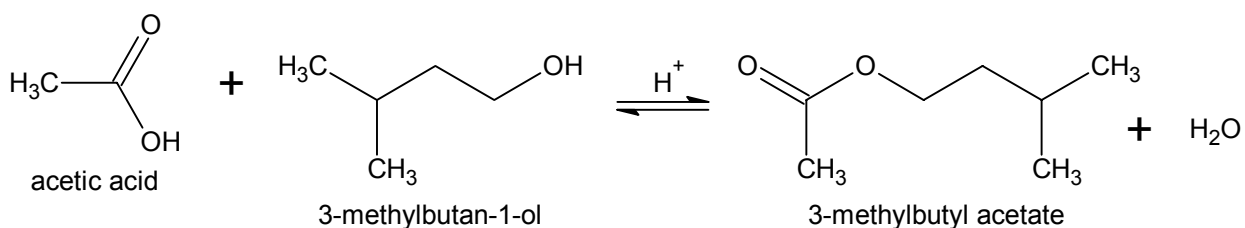


Procedimento

In un pallone da 500 ml si pongono 6 ml di benzoato di etile ed una soluzione formata da 6g di NaOH, 20 ml di H_2O e 60 di $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$. Si pone sopra al pallone il refrigerante a bolle e si pone sotto riscaldamento a mantello per 50 min. Si lascia raffreddare all'aria e si versa in un becher da 600 cc contenente dell'acqua. si acidifica con HCl sino alla completa precipitazione. Si filtra su buchner, si ricristallizza con acqua calda e si rifiltra, lavando i cristalli con acqua ghiacciata. Si calcola resa e punto di fusione.

SINTESI ACETATO DI ISOAMILE

Reazione



Procedimento

In un pallone da 250 cc si pongono 18,75 cc di CH_3COOH , 16,5 cc di alcol isoamilico (3metilbutanolo), 3 cc di H_2SO_4 concentrato e una spatola di pietra pomice. Si pone il refrigerante a bolle sul pallone e si riscalda a bagnomaria a temperatura controllata per un'ora circa. Si raffredda in bagno di ghiaccio e si travasa il contenuto del pallone in un imbuto separatore. Si lascia stratificare e si elimina la fase acquosa sottostante. Si estrae l'acetato con 4 aliquote di 20 cc di soluzione di Na_2CO_3 al 10%, agitando ed eliminando ogni volta la fase acquosa. Si versa la fase organica in una beuta col tappo da 100cc, in cui si sono poste 1-2 spatolate di Na_2SO_4 anidro per disidratare la fase. Si pone l'ester in un pallone da 250 cc e si monta l'apparecchiatura per la distillazione semplice (figura sotto). Si raccoglie la frazione tra 138 e 142°C. si determina la resa e si esegue uno spettro IR. Eventualmente si esegue anche un saggio di riconoscimento: in una provetta 1 goccia di soluzione + 0,5 cc di cloridrato di idrossilammina 1M in etanolo + 4 gocce di NaOH al 20%. Si scalda a bagnomaria per 3 min, si raffredda, si acidifica con HCl 1M e si versa goccia a goccia una soluzione di cloruro ferrico 5% fino a colorazione porpora.

