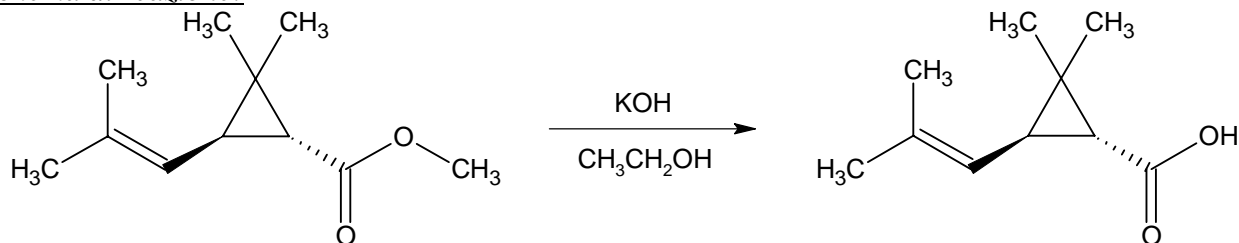


Sintesi dell'acido crisantemico

Schema di reazione:



Reagente	PM [g/mol]	mmol	g	eq	ml	R	S
Crisantemato di metile	182	28,59	5,2032	1			
KOH	56,11	93,21	5,23	3,3		R22-35	S26-36/37/39-45
EtOH al 95%	46,1				78	R11	S7-16
H ₂ O					105		
MTBE	88,15				52 + 111	R11-19	S16-23
HCl conc.					qb	R34-37	S26-36-45

Descrizione della reazione:

In un pallone da 100 ml si inseriscono 5,2032 g di crisantemato di metile, mentre 5,23 g di KOH vengono sciolti in un beaker in 78 ml di etanolo al 95%: si versa questa soluzione nel pallone e si porta tutto a riflusso per due ore.

Si esegue una TLC per verifica di avvenuta reazione.

Eluente: ETP/Acetato di etile 9:1
R_f trans-crisantemato di metile: 0,9
R_f cis-crisantemato di metile: 0,85
R_f acido crisantemico: 0,43

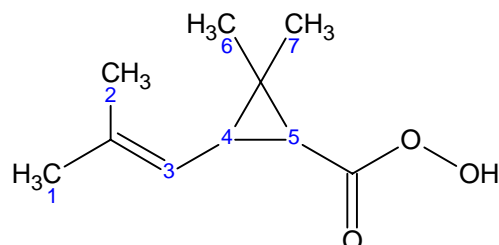
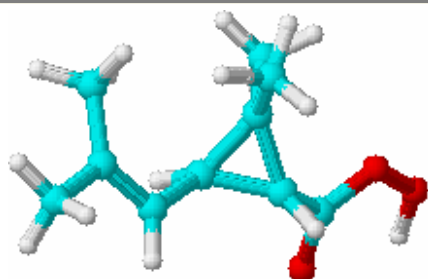
Si elimina l'etanolo al rotavapor e si riprende il solido con 105 ml di acqua e si estrae la soluzione con 52 ml di MTBE: la fase organica viene scartata mentre quella acquosa viene acidificata con HCl concentrato fino a pH 1-2.

A questo punto si riestraie la fase acquosa tre volte con 37 ml di MTBE ognuna tenendo questa volta le fasi organiche, che vengono riunite, anidificate con Na₂SO₄ e svaporate al rotavapor ottenendo un solido arancio.

Risultati:

Sono stati ottenuti 3,4104 g di acido crisantemico pari a $\frac{3410,4 \text{ mg}}{168 \text{ mg/mmol}} = 20,3 \text{ mmol}$.

La resa si fa rispetto al crisantemato di metile ed è $\frac{20,3 \text{ mmol}}{28,59 \text{ mmol}} \cdot 100 = 71\%$.



Acido crisantemico R36/38 S26

Interpretazione spettri:

- Spettro IR

,2900	Banda allargata per l'OH
1693	Stretching C=O acido
1457	Nujol
1287	Bending OH acido
1244	Bending C-O acido
950	Bendino C-H alchene fuori dal piano
855	

- Spettro $^1\text{HNMR}$

1,2	CH ₃ (6)
1,3	CH ₃ (7)
1,38	CH (5)
1,72	CH ₃ (1,2)
2	CH (4)
4,9	=C-H (3)