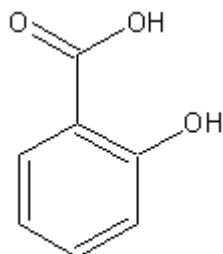


SINTESI DEL SALICILATO DI METILE DALL'ACIDO SALICILICO

REAZIONI:

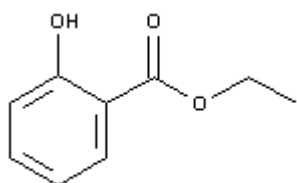
COMPOSTI INIZIALI:



acido salicilico

mm 138,12
p.f 159,0 +/- 0,8 °C

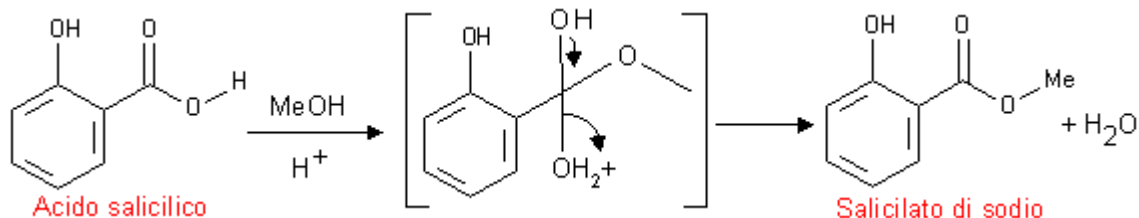
COMPOSTI FINALI:



Salicilato di etile

p.eb 220,0 °C
mm 152,06

REAZIONE:



Acido salicilico

Salicilato di sodio

PROCEDIMENTO:

In un pallone a tre colli da 100 ml pesare 10 g di acido salicilico e sciogliere in 25 ml di MeOH eventualmente con l'ausilio di un bagno d'acqua calda. Una volta sciolto l'acido, attraverso un imbuto gocciolatore gocciolare lentamente 10 ml di H₂SO₄ conc. Tenere il tutto sotto forte agitazione e raffreddando con un bagno di ghiaccio.

Terminata l'aggiunta di acido solforico portare all'ebollizione sotto riflusso. Dopo 20 minuti controllare la reazione con una TLC, se è terminata interrompere altrimenti continuare per un'ora con il riscaldamento.

A questo punto si sostituisce il ricadere con un Claisen e si distilla il metanolo in eccesso fino a ottenere nel pallone di raccolta 15-20 ml di alcool. (p.eb 65 °C).

Raffreddo e verso il contenuto della caldaia in un imbuto separatore dove estraggo con 40 ml di CH₂Cl₂ l'estere formatosi. L'estratto costituirà la fase organica più pesante.

- **FASE ORGANICA:** costituita da estere salicilico, cloruro di metilene e H⁺. Di colore giallino si passa su rotavapor per evaporare il solvente clorurato aggiunto. Il residuo viene unito in un pallone insieme a quello del proprio

compagno di banco e distillato sotto vuoto su Vigreux. Al prodotto finale pesato viene fatto un riconoscimento con TLC e IR.

- **FASE ACQUOSA:** formata da acqua, metanolo, H^+ . Viene riestratto l'estere eventualmente presente con altri quaranta ml di CH_2Cl_2 . La fase acquosa viene scartata dopo neutralizzazione.

CONSIDERAZIONI PRATICHE

Gli esteri sono derivati degli acidi e, nella esterificazione di Fischer, si ottengono per reazione di un alcool con un acido forte usato come catalizzatore. Il meccanismo è quello di una addizione nucleofila che porta a un intermedio tetraedrico, segue poi una eliminazione del gruppo ossonio uscente che restituisce il prodotto finale. La reazione è tipicamente di equilibrio di conseguenza può avvenire anche nel verso opposto e tornare verso i reagenti. Per spostare l'equilibrio verso destra si deve lavorare in eccesso di alcool e sottrarre acqua nei prodotti.

A reazione avviata si esegue la TLC per verificare l'estere formato e l'acido salicilico rimasto.