

Escola Secundária do Padre António Martins Oliveira de Lagoa

Técnicas Laboratoriais de Química

SÍNTESE
DO
ÁCIDO ACETILSALICÍLICO

Pedro Pinto N° 14 11ºA

12/02/2004

Índice

Objectivo do Trabalho.....	2
Fundamentos Teóricos.....	2
Material.....	4
Reagentes / Produtos	4
Procedimento.....	4
Observação	5
Registo de Medições.....	6
Calculos	6
Conclusões.....	7
Bibliografia.....	8

Objectivo do Trabalho

O objectivo da experiência é a síntese de ácido acetilsalicílico (aspirina). Além disso a experiência teve como objectivo determinar o rendimento da síntese.

Fundamentos teóricos

As reacções químicas têm como base a procura de novos materiais que tenham uso na nossa sociedade, de modificarem, melhorando os já existentes ou como meio de perceberem os segredos e os mecanismos destas reacções.

Reproduzir em laboratório aquilo que a Natureza produz ou criar aquilo que não existe na Natureza é sintetizar. As sínteses laboratoriais procuram a obtenção de novos produtos com as suas propriedades mais acentuadas, mais concentradas do que as existentes na Natureza ou compostos com propriedades inexistentes nos produtos naturais ou ainda produtos em quantidades superiores àquelas que são possíveis extrair de fontes naturais. Podemos portanto afirmar que a síntese está presente em toda a nossa vida pois revolucionou o mundo ao permitir a produção em massa de compostos muito mais potentes dos que estão presentes na Natureza. Sem ela, a nossa vida não seria como é hoje, não teríamos televisões porque não se podia sintetizar os plásticos que entram no seu fabrico, etc...

Esta síntese teve como objectivo obter o ácido acetilsalicílico, que é um cristal, de cor branca. O ácido acetilsalicílico prepara-se fazendo reagir o ácido salicílico com o anidrido acético, e algumas gotas de ácido sulfúrico, que actua como catalizador (substância que não participa na reacção mas aumenta ou diminui a sua velocidade).

O ácido acetilsalicílico é um medicamento com propriedades analgésicas e anti-inflamatórias.

Este ácido foi sintetizado pela primeira vez em 1893, a partir do ácido salicílico (analgésico inicialmente extraído da casca do salgueiro), pelo químico alemão Felix Hoffmann quando fazia pesquisas para aliviar as dores reumáticas do pai. O



novo produto possuía as mesmas características anti-inflamatórias e analgésicas do ácido salicílico, mas não tinha o seu sabor azedo nem era tão irritante para as mucosas. Em 1899 a Bayer, companhia de produtos químicos onde Hoffmann trabalhava, sintetizou-o e comercializou-o sob o nome registado de "Aspirina".

As sínteses podem ser classificadas como totais ou parciais. Nesta actividade foi realizada uma síntese parcial, isto é, os reagentes são substâncias elementares e compostas, ou só compostas.

Nesta síntese foi necessário efectuar quatro operações unitárias: pesagem, filtração, cristalização e secagem.

Uma outra operação que se realizou foi a filtração, que consiste na separação de um sólido em suspensão numa fase líquida ou gasosa, usando um meio poroso chamado filtro. Os filtros podem ser de diferentes materiais, tais como papel, tecido, areia, algodão, porcelana ou lã de vidro, estando a sua escolha dependente das características físicas e químicas das misturas. Também a porosidade do filtro é escolhida de acordo com as dimensões das partículas a reter (fase sólida). As partículas que se encontram em suspensão num líquido, que ao ser filtrado, ficam no filtro constituem o resíduo; a solução constituída por partículas de menores dimensões que atravessa o filtro, chama-se filtrado.

No laboratório o filtro, que se usa com mais frequência, é o de papel, com forma circular, o qual deve estar bem ajustado ao funil que lhe servirá de suporte. A filtração pode ser feita por gravidade ou por pressão reduzida, sendo a primeira mais utilizada, mas em contrapartida a filtração por pressão reduzida é mais rápida. Tendo-se utilizado a filtração por pressão reduzida de forma a acelerar o processo.

Para sintetizar o Sulfato de Tetraminocobre (II) Monoidratado recorreu-se também a outra operação unitária: a cristalização, que é a técnica adequada para recuperar um sólido que se encontra dissolvido num líquido. Para isso é necessário deixar a solução exposta ao ar, para que o líquido se evapore (lentamente). Após alguns dias, o líquido desaparece e obtêm-se cristais do sólido que estava dissolvido.

O material sólido a secar poderá ter: água ou outra substância retida no interior ou aderente à superfície.

Material

- Balança de precisão
- Copos de 250 mL e 600 mL
- Erlenmeyer de 500 mL
- Espátula
- Frasco de kitasato
- Funil de Büchner
- Papel de filtro
- Pipeta de 5 mL
- Placa de aquecimento
- Provetas de 10 mL, 25 mL e 100 mL
- Suporte universal com garra e noz
- Termómetro
- Trompa de vácuo
- Vareta
- Vidro relógio

Reagentes / Produtos

- Água destilada
- $C_6H_4COOH(s)$
- $(CH_3CO)_2O(l)$
- H_2SO_4 (catalisador)

Procedimento

1. “Pesou-se” 5,00 g de ácido salicílico e transferiu-se para o Erlenmeyer.
2. Adicionou-se 10 mL de anidrido acético e agitou-se intensamente até formar uma mistura homogénea.
3. Fixou-se o Erlenmeyer no suporte universal e introduziu-se num banho de água, sobre a placa de aquecimento.
4. Adicionou-se, com ajuda de uma pipeta, 6 gotas de ácido sulfúrico concentrado; a temperatura elevou-se.

5. Aqueceu-se durante alguns minutos a cerca de 45 °C, com agitação manual, até que a reacção cessou.
6. Adicionou-se, cuidadosamente, 10 mL de água destilada ao Erlenmeyer, agitando até não ser perceptível a libertação de vapores de ácido acético.
7. Retirou-se o balão do banho-maria, adicionou-se 100 mL de água destilada e deixou-se arrefecer em repouso; observou-se a formação de cristais de ácido acetilsalicílico.
8. Filtrou-se a vácuo, em papel de filtro previamente “pesado”.
9. Lavou-se os cristais com alguns mililitros de água fria.
10. Secou-se ao ar.
11. Determinou-se a massa de composto obtida.

Observação

Ao efectuar-se a reacção entre o ácido salicílico e o anidrido acético, observa-se a formação de ácido acetilsalicílico e ácido acético.

Ao adicionar-se 10 mL de anidrido acético ao ácido salicílico formou-se um precipitado branco. Ao juntarem-se seis gotas de ácido sulfúrico o precipitado branco continua visível mas nota-se mais transparência, assim como a subida da temperatura, este facto mostra que é uma reacção exotérmica.

Quando em banho-maria o precipitado branco continua, mas agora, mais intenso. À medida que vai aquecendo, começa-se a sentir um cheiro a vinagre.

Começa a dissolver e a sair vapor. Aos 45° está completamente dissolvido. Manteve-se a temperatura até que a reacção cessou.

Ao adicionar-se 10 mL de água liberta-se vapor de ácido acético. Teve-se de agitar, até se libertar todo o vapor.

Quando se adicionaram 100 mL de água começou a formar-se cristais brancos sólidos.

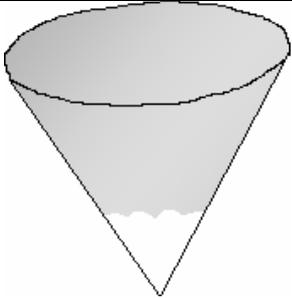
Durante a secagem, os cristais começaram a ficar mais rijos, isto deve-se à evaporação da água.

Para realizar a síntese do ácido acetilsalicílico, é necessário ter em conta as condições em que tal é feito, pois estas afectam significativamente o rendimento final. O rendimento é calculado pela razão entre quantidade de produto obtida experimentalmente e a quantidade obtida teoricamente. Portanto, o valor do rendimento

nunca poderá exceder os 100%, pois como é óbvio, a quantidade de produto obtida nunca é superior à que deveríamos obter. Este facto deve-se às perdas ao efectuar-se o aquecimento e a filtração, assim como à possível ocorrência de reacções paralelas, má atmosfera de trabalho e até mesmo a má condição do material.

Registo de Medições

Massa dos cristais e do filtro

Filtro	
	$m_{\text{filtro}} = 0,70 \text{ g}$ $m_{\text{cristais}} = 5,86 \text{ g}$

Massa total de $C_6H_4COOHOCOCH_3 = 5,86 \text{ g}$

Cálculos

Determinação da quantidade prevista do ácido acetilsalicílico:

$$m(C_6H_4COOHOH) = 5,00 \text{ g}$$

$$V((CH_3CO)_2O) = 10,00 \text{ mL}$$

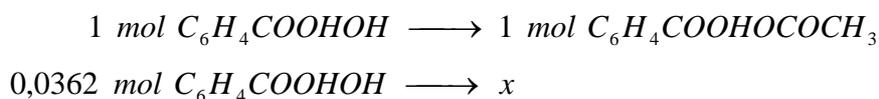
$$M(C_6H_4COOHOH) = 138,13 \text{ g/mol}$$

$$n(C_6H_4COOHOH) = \frac{m(C_6H_4COOHOH)}{M(C_6H_4COOHOH)} \Leftrightarrow n(C_6H_4COOHOH) = \frac{5,00}{138,13} \Leftrightarrow$$

$$\Leftrightarrow n(C_6H_4COOHOH) = 0,0362 \text{ mol}$$

Determinação do reagente limitante:

O reagente limitante é o ácido salicílico, este dado foi obtido por informação do professor.



$$x = 0,0362 \text{ mol } C_6H_4COOHOCOCH_3$$

$$M(C_6H_4COOHOCOCH_3) = 180,17 \text{ g/mol}$$

$$\begin{aligned} n(C_6H_4COOHOCOCH_3) &= \frac{m(C_6H_4COOHOCOCH_3)}{M(C_6H_4COOHOCOCH_3)} \Leftrightarrow \\ \Leftrightarrow 0,0362 &= \frac{m(C_6H_4COOHOCOCH_3)}{180,17} \Leftrightarrow m = 6,52 \text{ g} \end{aligned}$$

Determinou-se que a quantidade prevista do ácido acetilsalicílico é 6,52 g.

Determinação do rendimento da reacção:

$$\eta = \frac{qt. \text{ real}}{qt. \text{ prevista}} \times 100 \Leftrightarrow \eta = \frac{5,86}{6,52} \times 100 \Leftrightarrow \eta = 90 \%$$

Determinou-se que o rendimento da reacção foi 90 %.

Conclusões

Conclui-se que a reacção entre o sulfato de salicílico e o anidrido acético, obtém-se ácido acetilsalicílico e ácido acético.

Os cristais obtidos são de ácido acetilsalicílico e tem uma cor branca. O ácido acético encontra-se no estado gasoso à temperatura ambiente.

A reacção é exotérmica, devido à subida da temperatura. O cheiro a vinagre é devido ao ácido acético formado na reacção, encontrando-se no estado gasoso.

Pode concluir-se que o aumento da temperatura facilita a reacção.

A lavagem dos cristais de ácido acetilsalicílico deve ser feita em água fria porque o aumento da temperatura favorece a solubilização dos cristais.

Conclui-se que a evaporação da água, faz com que os cristais fiquem mais rijos.

Conclui-se que o rendimento obtido foi bom, sendo de 90%, não se obteve um valor mais próximo de 100%, devido às perdas durante o aquecimento e a filtração, assim como a transferência dos reagentes, outra causa poderá ter sido a pureza dos reagentes.

O reagente limitante nesta reacção é o C_6H_4COOH .

Conclui-se também, que o ácido acetilsalicílico tem o nome comercial de aspirina.

Bibliografia

SIMÕES, Teresa; QUEIRÓS, Maria; SOMÕES, Maria – *Técnicas Laboratoriais de Química – Bloco I*, Porto, 1.^a ed., Porto Editora, 2000.

SIMÕES, Teresa; QUEIRÓS, Maria; SOMÕES, Maria – *Técnicas Laboratoriais de Química – Bloco II*, Porto, 1.^a ed., Porto Editora, 2001.

ROSENBERG, Jeromel; EPSTEIN, Lawrence – *Química Geral*, Portugal, 1.^a ed., McGraw-Hill, 2001.

Diciopédia 2004, Porto Editora, 2004.