

Informe del trabajo práctico nº9

- **Profesora:**

Lic. Graciela.

Lic. Mariana.

- **Alumnas:**

Romina.

María Luján.

Graciela.

Mariana.

- **Curso:** Química orgánica 63.14 turno 1

OBJETIVOS

- Sintetizar y purificar por recristalización ácido acetilsalicílico.
- Analizar la pureza del ácido por el método de punto de fusión y por el grado de hidrólisis del producto obtenido.
- Aislar ácido acetilsalicílico de tabletas comerciales
- Preparar biodiesel y realizarle una prueba de calidad

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Parte A

Síntesis de Ácido Acetilsalicílico

Para realizar esta experiencia, se pesan 3g. de ácido salicílico y se mezclan con 6ml de anhídrido acético y 7 gotas de ácido sulfúrico concentrado en un balón de destilación. Se agita suavemente y se coloca a baño María (70°C-80°C) durante 15 minutos. Luego, se agrega gota a gota y agitando 1ml de agua destilada. Al finalizar, se adicionan 20ml más de la misma. El balón se enfría en un baño María inverso (agua fría con cubos de hielo) y se espera a que el producto formado se cristalice. Éste se recoge por filtración al vacío con un embudo Buchner. Al finalizar, los cristales formados se lavan con agua destilada fría, para evitar la posible solubilidad en la misma.

Purificación del Ácido Acetilsalicílico

Se toma un erlenmeyer y se agregan el producto obtenido anteriormente y 10ml de alcohol etílico. Se calienta suavemente el recipiente a baño María hasta que los cristales se disuelvan completamente. Se añaden 25ml de agua destilada y se espera a que la solución entre en ebullición. Luego de esto, se filtra en caliente con un embudo cónico y el filtrado se deja reposar hasta que se enfríe y comience a solidificar en forma de cristales. Para asegurarse de que todo el producto haya cristalizado se pasa por un baño María inverso. Se filtra al vacío y se lavan los cristales con agua destilada. Por último, se guarda el producto en el gabinete y se deja secar completamente hasta la semana siguiente en un papel de filtro pesado previamente. Más tarde, se pesa el producto con el papel y se calcula el rendimiento.

Determinación del Punto de Fusión

Una vez seca la muestra obtenida, se muele una porción y se introduce en un capilar, que

con antelación se ha cerrado uno de los extremos colocándolo sobre la llama, hasta una altura de 3mm. aproximadamente.

Se utiliza un balón de cuello largo que contiene glicerina (que posee un alto punto de ebullición). En el mismo, se coloca un termómetro con el capilar adosado mediante una goma de látex, teniendo en cuenta que el capilar quede a la altura media del bulbo.

El balón se coloca en un soporte universal y se lo calienta mediante un mechero de Bunsen. Se observa el rango en el que funde el compuesto.

Test de Cloruro Férrico

Se toman tres tubos de ensayo y se les agrega FeCl_3 (1% en 5ml de agua destilada). A uno se le agrega una pequeña porción del sólido obtenido previamente, a otro se le añade un poco de aspirina comercial y al que resta se le agrega ácido salicílico puro utilizado.

Aislamiento de Ácido Acetilsalicílico de las tabletas comerciales

Se pesan 10 pastillas de aspirina en una balanza. Se trituran, utilizando un mortero, hasta que quede un polvillo. Luego de esto, se pasa el sólido a un vaso de precipitados y se le adiciona 9ml de triclorometano (Cl_3CH), para separar los excipientes del ácido acetilsalicílico. Se filtra en un embudo con papel y se lavan los restos con gotas de cloroformo. Se deja evaporar el líquido bajo campana, hasta que se formen cristales. Se pesa el sólido obtenido y se calcula el rendimiento. Para finalizar, se toma el punto de fusión del mismo, siguiendo el procedimiento expuesto con anterioridad.

Parte B

Preparación de Biodiesel

Se mezcla en un erlenmeyer 30ml de metanol y 1g de KOH y se disuelve. Se forma metóxido de potasio. Esta reacción se realiza en campana porque es muy exotérmica. Se introducen 120ml de aceite en un balón. Se mezcla la disolución metanólica con el aceite una vez fría y se acopla el balón un refrigerante a reflujo y se calienta durante 1 hora en un baño de agua.

Se enfría y se obtienen dos fases, en la fase superior los ésteres metílicos que constituyen el biodiesel y en la inferior se encuentra el metanol que no ha reaccionado y la glicerina, que se extrae en un embudo de decantación. Por último, el producto se pesa y se mide su volumen, para calcular su densidad.

Prueba de calidad

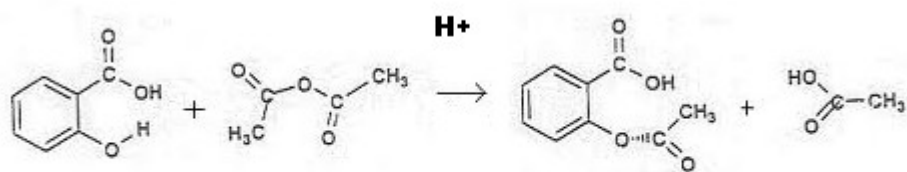
El volumen de biodiesel obtenido se mezcla con agua y se agita vigorosamente. Luego se lo deja reposar y al cabo de 30 minutos deben aparecer dos fases: una superior con el biodiesel y otra inferior con el agua.

RESULTADOS Y ANÁLISIS

Parte A

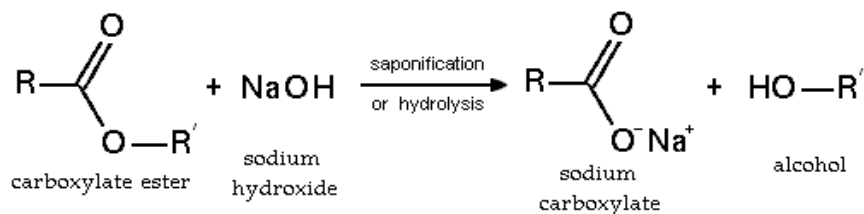
Síntesis del Ácido Acetilsalicílico

Reacciones



Reacción de esterificación.

El medio ácido facilita el ataque nucleofílico.



Reacción de saponificación.

Cálculo del rendimiento al finalizar la purificación

$$Mr_{AS} = 138 \text{ g/mol}$$

$$Mr_{ASS} = 180 \text{ g/mol}$$

$$N(AS) = m / Mr = 3 \text{ g} / 138 \text{ g/mol} = 0,022 \text{ mol}$$

$$N(ASS) = m / Mr = 0,8 \text{ g} / 180 \text{ g/mol} = 0,0044 \text{ mol}$$

$$\text{Rendimiento} = 20\%$$

Punto de fusión del ácido acetilsalicílico formado

La temperatura teórica de fusión del ácido acetilsalicílico se encuentra en un rango entre 138°C y 140°C.

Los datos obtenidos en la experiencia son los siguientes:

$$T_i = 144^\circ\text{C}$$

$$T_f = 159^\circ\text{C}$$

Siendo T_i la temperatura a la que el compuesto empieza a fundir y T_f la temperatura a la cual fundió totalmente.

El rango de fusión es: 15°C

Test de Cloruro Férrico

El FeCl_3 se utiliza para reconocer grupos fenoles. Es decir, al realizar esta reacción en nuestra síntesis podremos ver si todo el ácido salicílico reacciona, ya que este posee un grupo fenólico, mientras que el ácido acetilsalicílico no. Si la reacción fue completa al agregar a la muestra FeCl_3 , esta no debería cambiar de color, en cambio si la reacción no fue completa al agregar a la muestra FeCl_3 la solución tomara un color violeta o rojizo debido a la presencia de ácido salicílico que contiene grupos fenoles.

Reacción: Color **violeta**

Muestra	+ FeCl_3
Aspirina comercial	No se observa cambio de color
Ácido Acetilsalicílico obtenido en laboratorio	La solución se torna de color violeta
Ácido Salicílico	La solución se torna de color violeta

Aislamiento de ácido acetilsalicílico de las tabletas comerciales

Cálculo del rendimiento de la muestra de aspirina

Peso del blister de aspirina en el papel de filtro: 6g

Peso del AAS recuperado: 0,3g

Rendimiento de la recuperación: 5%

Punto de fusión del ácido acetilsalicílico presente en la aspirina

La temperatura teórica de fusión del ácido acetilsalicílico se encuentra en un rango entre 138°C y 140°C.

Los datos obtenidos en la experiencia son los siguientes:

$$T_i = 138^{\circ}\text{C}$$

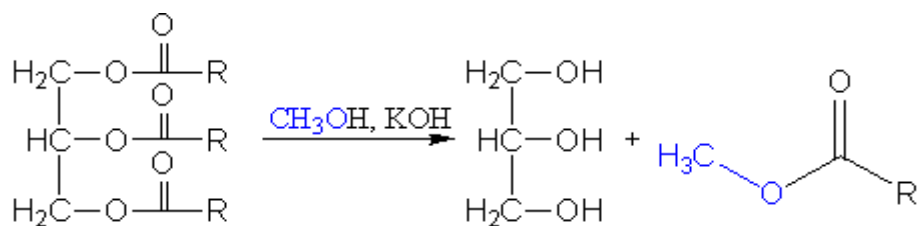
$$T_f = 143^{\circ}\text{C}$$

Siendo T_i la temperatura a la que el compuesto empieza a fundir y T_f la temperatura a la cual fundió totalmente.

El rango de fusión es: 5°C

Parte B

Reacciones



Reacción de transesterificación.

Determinación de la densidad del biodiesel formado

▪ El Biodiesel tiene una densidad promedio de $0,878\text{g/cm}^3$ a 15°C . La normativa nacional exige un valor de entre $0,875\text{g/cm}^3$ y $0,900\text{g/cm}^3$ para ser vendido comercialmente.

- Peso de Biodiesel formado:
- Volumen:
- Densidad:

Prueba de calidad

El Biodiesel es inmiscible en el agua. Para saber si el combustible es de buena calidad las fases deben separarse rápido y todas las impurezas deben quedar en el agua. De no ser así se forma una emulsión por reacción incompleta o por exceso de hidróxido que forma jabón y por lo tanto el combustible resulta ser de mala calidad.

- Tiempo transcurrido en formarse las dos fases:

CONCLUSIONES

Parte A

- Se obtuvo un rendimiento del 20% en la purificación del ácido acetilsalicílico (AAS) sintetizado, lo que nos indica que no se logró obtener una cantidad apreciable del compuesto; por otro lado, se obtuvo un punto de fusión con un rango amplio de 15°C, lo que nos indica que además se encontraba impuro. A continuación, se detallan los errores experimentales que pudieron haber influido:

1. El ácido salicílico se encontraba impuro;
2. No se cristalizó completamente el producto formado;
3. Se produjo una pérdida en la manipulación de la muestra.

- Durante el aislamiento, se encontró un 5% de AAS en la muestra de aspirina comercial. Dado que esta tiene un porcentaje similar al obtenido, concluimos que la realización de la experiencia fue satisfactoria. En cuanto al punto de fusión, este fue cercano al tabulado y el rango obtenido pequeño, por lo que la muestra no contenía tantas impurezas.

- El test de FeCl_3 con la aspirina comercial no mostró la presencia de grupos fenólicos; lo que nos indica que no hay resto de AS en la muestra. En el caso del AS, esta se tornó violeta al agregarle FeCl_3 lo que nos indica la presencia de un grupo fenólico en su estructura. En cuanto al test realizado con al AAS formado en el laboratorio, la solución se tornó violeta. Creemos que este resultado se debe a que el AS utilizado no reaccionó completamente y además no lo purificamos correctamente, como expusimos arriba.

Diagrama de Flujo del Biodiesel

