

PREPARAÇÃO E PURIFICAÇÃO DO ÁCIDO ACETILSALICÍLICO (ASPIRINA)

1. Medir 2,0 g de ácido salicílico (bem seco) e transferir para um erlenmeyer de 125 mL.
2. Adicionar 5 mL de anidrido acético ao ácido salicílico com o auxílio de uma pipeta. (Esta operação deverá ser realizada na capela).
3. Ainda NA CAPELA, adicionar 5 gotas de H_2SO_4 concentrado ao erlenmeyer, agitar até a homogeneização completa.
4. Deixar a mistura em repouso por 10 minutos.
5. Aquecer a mistura em banho-maria a 50-60 °C (medir a temperatura do banho) por 10-15 minutos (para completar a reação).
6. Resfriar a mistura em banho de gelo e atritar o fundo do erlenmeyer com um bastão de vidro, até que seja formada uma pasta semi-cristalina.
7. Adicionar ao erlenmeyer, 25 mL de água gelada.
8. Agitar a mistura para desfazer a pasta sólida.
9. Filtrar a mistura à pressão reduzida, num funil de Büchner (cortar o papel de filtro com diâmetro adequado ao funil).
10. Recolocar o filtrado (água mãe) no erlenmeyer e transferir todos os cristais de aspirina para o funil de Büchner (esta operação deve ser repetida até que todos os cristais tenham sido recolhidos).
11. Lavar os cristais com 3 porções de 2 mL de água gelada.
12. Continuar a passar ar através dos cristais no funil, mantendo a fonte de vácuo em funcionamento por 5 minutos, tempo suficiente para que os cristais estejam bem secos.
13. Desligar a fonte de vácuo e remover os cristais do funil (com o auxílio de uma espátula ou “policeman”).

Teste para verificação da presença de ácido salicílico no produto bruto

1. Numerar três tubos de ensaio de 1 a 3.
2. Adicionar a cada tubo 5 mL de água destilada.
3. Dissolver alguns cristais (verificar com o professor o significado de “alguns cristais”) de fenol no primeiro tubo, alguns cristais de ácido salicílico no segundo e alguns cristais do produto bruto obtido no terceiro.
4. Adicionar 10 gotas de solução de $FeCl_3$ (1 %) a cada um dos tubos.
5. Agitar e observar.

LISTA DE MATERIAIS - PARTES 1 e 2

REAGENTES

- 20 g ácido salicílico
- anidrido acético
- H₂SO₄ concentrado
- banho de gelo
- água gelada

VIDRARIAS

- 08 erlenmeyer de 125 mL (01 POR GRUPO)
- 08 bastão de vidro (01 POR GRUPO)
- 08 funil de Büchner (01 POR GRUPO)
- 08 kitassato de 500 mL (01 por grupo)
- 04 béqueres de 1000 mL
- 04 béqueres de 25 mL

- 04 provetas de 25 mL

ACESSÓRIOS

- 08 pipeta de Pasteur descartável (01 POR GRUPO)
- 08 papel de filtro (01 POR GRUPO)
- 08 espátula (01 POR GRUPO)
- 08 caixas de papel indicador

EQUIPAMENTOS

- 01 banho-maria
- 04 bomba à vácuo

ESCRITÓRIO

- 04 canetas marca vidro

LISTA DE MATERIAIS - PARTES 3

REAGENTES

- banho de gelo
- água gelada
- ácido clorídrico concentrado - HCl
- solução aquosa saturada de carbonato de sódio - NaHCO₃

VIDRARIAS

- 08 bastão de vidro (01 POR GRUPO)
- 04 funil de Büchner (01 POR GRUPO)
- 04 kitassato de 500 mL (01 por grupo)
- 04 béqueres de 1000 mL
- 08 béqueres de 250 mL
- 08 béqueres de 25 mL
- 04 provetas de 25 mL
- 04 provetas de 10 mL
- 01 pipeta graduada de 5 mL

ACESSÓRIOS

- 01 pêra
- 16 papel de filtro (02 POR GRUPO)
- 08 espátula (01 POR GRUPO)
- 04 pissetas

EQUIPAMENTOS

- 04 bomba à vácuo

ESCRITÓRIO

- 04 canetas marca vidro