

QFL 314- Química Orgânica Experimental

2º Estudo Remoto de Laboratório Síntese do Ácido Acetilsalicílico (AAS)

1. Explique por que o ácido salicílico na presença de anidrido acético leva a formação de aspirina enquanto, esse mesmo substrato, quando reage com excesso de metanol, leva à formação do salicilato de metila.
2. Explique, claramente, como se efetua a escolha de um solvente adequado para uma operação de recristalização. Baseado na diferença de solubilidade entre os ácidos salicílico e acetilsalicílico proponha um solvente para recristalização além do tolueno (procure na literatura a solubilidade do ácido acetilsalicílico em diferentes solventes).
3. Sugira uma composição possível para um comprimido de aspirina tamponada. Que benefícios esta formulação teria?
4. Considerando-se que 1 g de AAS dissolve completamente em 450 mL de água à 10°C, quanto do produto seria perdido nos 100 mL de água que a mistura reacional é vertida para finalizar a reação, se esta fosse mantida à 10°C até a filtração do produto? Que diferença a quantidade perdida na água faria para o seu rendimento?
5. Apresente a equação para a reação de decomposição da aspirina que pode ocorrer durante o procedimento de sua síntese.
6. Durante a reação de síntese do AAS, com ácido sulfúrico como catalisador, o banho de água de um grupo encontrava-se a 90°C ao invés de 50°C. O produto final bruto foi testado para presença de fenólicos com cloreto férrico e apresentou resultado negativo. Contudo, o ponto de fusão do produto bruto seco encontrava-se entre 122-125°C. Explique esses resultados o mais completamente possível.
7. Questões sobre os vídeos.
 - a. Nos 2 primeiros vídeos sobre a síntese do AAS o processo termina logo após a precipitação da mistura reacional com água fria. Dessa maneira, pode-se garantir que o somente o AAS foi obtido? Houve algum teste para comprovar a identidade do produto?
 - b. Ao final do vídeo 1 a apresentadora descreve diversos motivos para o rendimento não ter sido de 100%, dentre eles impurezas, erros experimentais, transferências etc. Considerando às características de uma reação de esterificação, ou de reações orgânicas em geral, seria

esperado um rendimento de 100%? Qual o principal fator que determina o rendimento de um produto numa reação?

- c. No vídeo 2, o apresentador diz que a reação é feita com ácido acético e ácido sulfúrico com catalisador. O procedimento que foi empregado para a execução da síntese foi o mais correto usando estes reagentes? (compare com os reagentes e o procedimento usado na síntese do salicilato de metila com o da proposto para a síntese do AAS na apostila e no vídeo 1)
- d. Nos vídeos 3 e 4, o processo de síntese tem uma etapa de purificação por recristalização. Nos dois, casos foi usada uma mistura de água/etanol executar a purificação. Levando em conta que o processo de recristalização é feito à quente, a água seria um bom solvente para essa operação? Qual a melhor explicação para os rendimentos baixos obtidos?
- e. Nos vídeos dos relatórios os alunos usam o ponto de fusão como método de identificação e avaliação da pureza. Por que essa medida pode ser usada como critério de pureza?
- f. Ambos os grupos usaram como referência uma amostra do ácido salicílico, um dos reagentes, e uma amostra referência do laboratório do AAS. O padrão do produto apresentou uma faixa de fusão de 118-125 °C (vídeo 3) e 126-134 °C (vídeo 4), sendo o valor de literatura para o p. f. do AAS é 134-136 °C. O que você pode afirmar sobre a pureza do padrão e dos produtos obtidos?
- g. O valor de literatura para ponto de fusão do ácido salicílico é 158 °C, mas os dois resultados foram semelhantes, mas inferiores ao da literatura, 146-150 °C (vídeo 3) e 145-149 °C (vídeo 4). A partir desses dados você pode afirmar que o padrão estava puro? Por que o valor foi inferior ao da literatura?