



Τμήμα Αειφορικής Γεωργίας

Γεωπονική Σχολή
ΠΑΝΕΠΙΣΤΗΜΙΟ ΠΑΤΡΩΝ

Εργαστηριακές Ασκήσεις Αναλυτικής και Οργανικής Χημείας

Αγγελική Απ. Γαλάνη

Χημικός PhD, Εργαστηριακό Διδακτικό Προσωπικό (ΕΔΙΠ)

5^η Εργαστηριακή Άσκηση Οργανική Σύνθεση

ΕΙΣΑΓΩΓΗ

Αντίδραση
μεταξύ οξέων
και αλκοολών:
Αντίδραση
εστεροποίησης

Η απευθείας αντίδραση μεταξύ οξέων και αλκοολών (εστεροποίηση), είναι ένας από τους πιο συνηθισμένους τρόπους παρασκευής εστέρων.

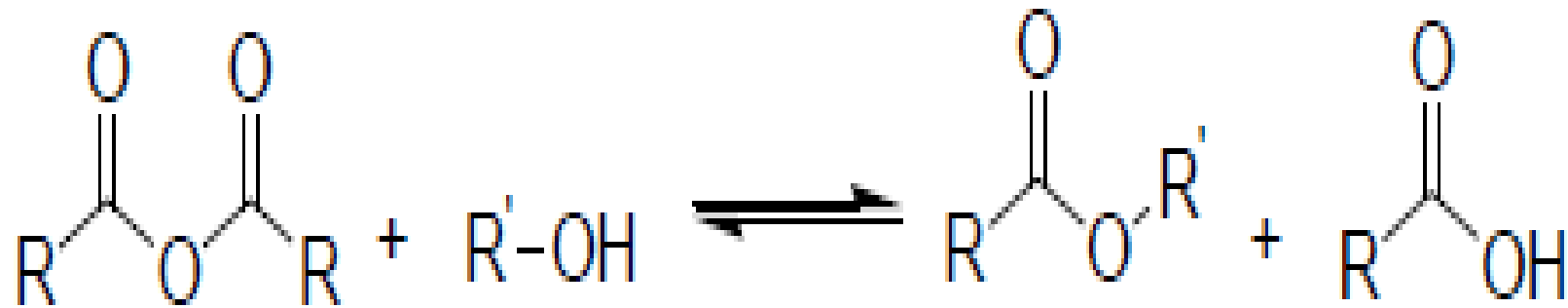


Όταν η (1) προχωρά προς τα αριστερά, ονομάζεται υδρόλυση.

Η απόδοση της αντίδρασης προς τα δεξιά, μπορεί να αυξηθεί αν χρησιμοποιηθεί περίσσεια ενός από τα αντιδρώντα ή αν απομακρύνεται συνεχώς το νερό που σχηματίζεται. Στην περίπτωση αυτή είναι δυνατόν να παρασκευαστεί εστέρας με μεγάλη απόδοση.

Οι περισσότεροι από τους εστέρες δεν είναι διαλυτοί στο νερό κι έτσι με τη βοήθεια ανακρουστάλλωσης μπορούν να διαχωριστούν από το μίγμα της αντίδρασης. Το ίδιο μπορεί να γίνει και με έκπλυση του μίγματος της αντίδρασης με κρύο νερό.

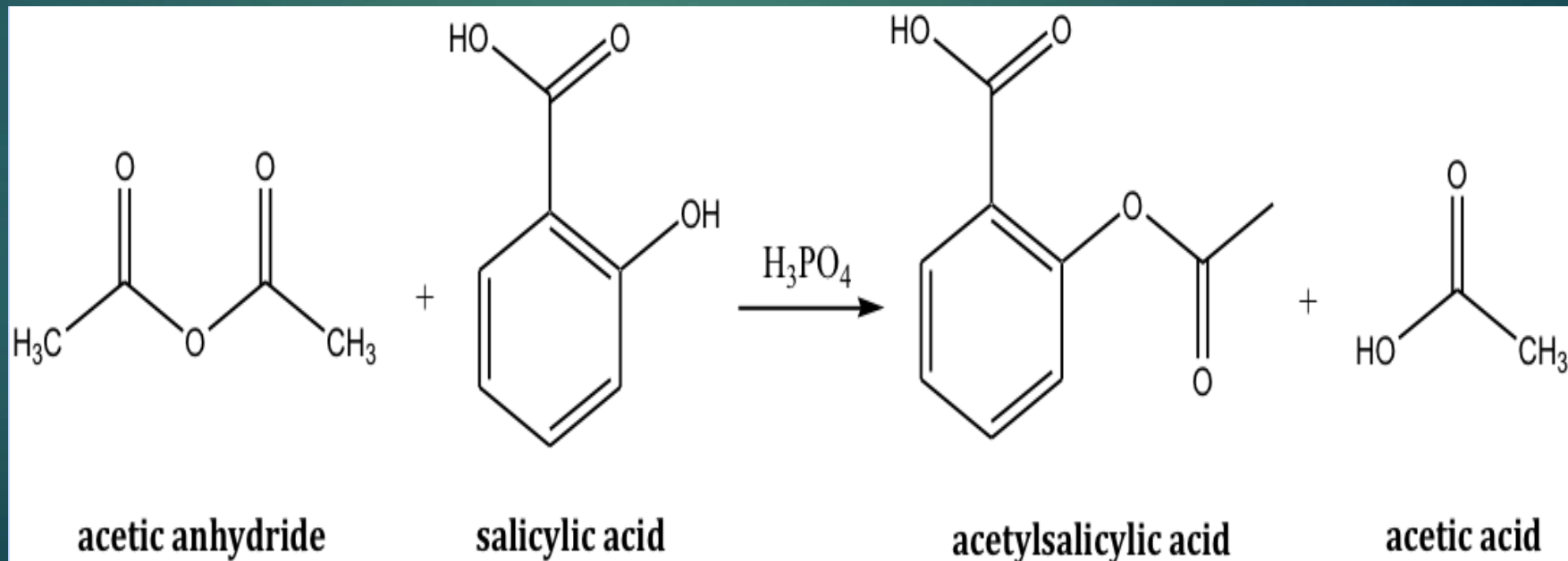
Οι αλκοόλες είναι δυνατόν να δώσουν εστέρες αντιδρώντας και με ανυδρίτες οξέων.



**Στο παρόν πείραμα γίνεται
παρασκευή του εστέρα
ακετυλοσαλικυλικού οξέος.**

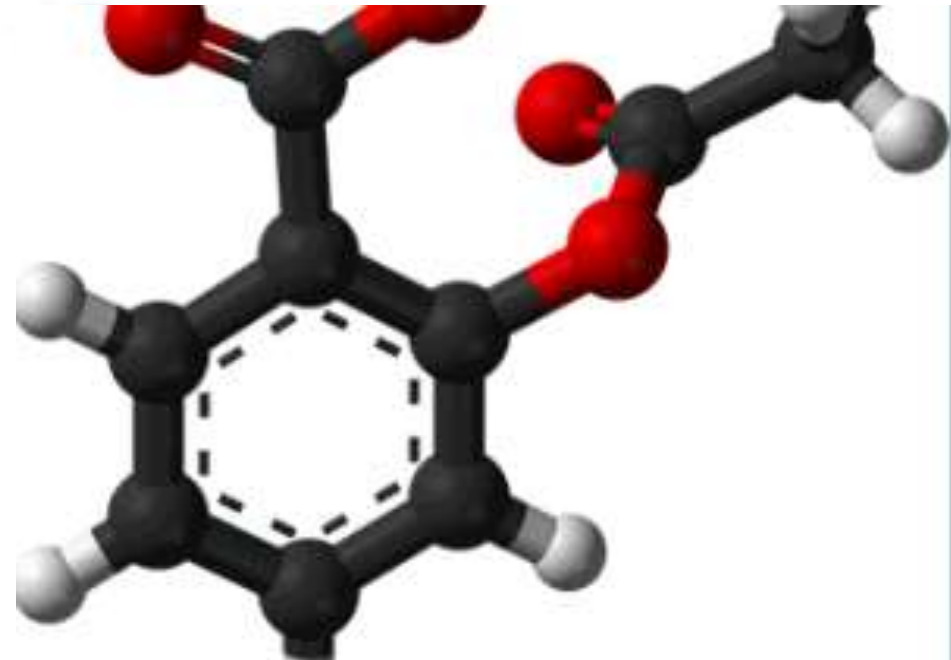
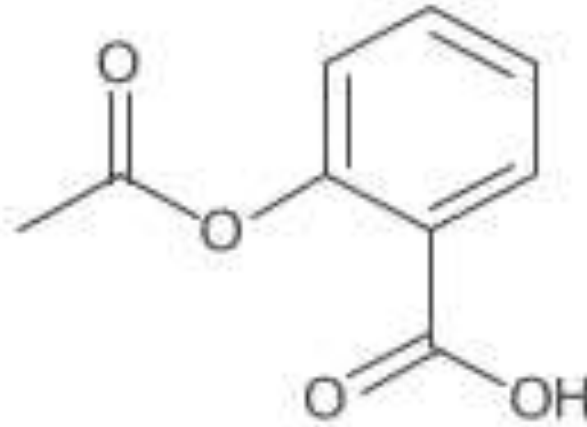
Ο οξικός ανυδρίτης αντιδρά με το παραγόμενο νερό της αντίδρασης εστεροποίησης και οδηγεί την αντίδραση δεξιά αυξάνοντας την απόδοση προς την κατεύθυνση αυτή.

Ως καταλύτης χρησιμοποιείται φωσφορικό οξύ, H_3PO_4



**Ακετυλοσαλικυλικό
οξύ, (acetylsalicylic
acid)**

Εμφανίζει ισχυρή
αντιπυρετική, αναλγητική
και αντιφλεγμονώδης
δράση και για το λόγο
αυτό, αποτελεί το μέτρο
σύγκρισης με όλα τα
νεώτερα μη στεροειδή
αντιφλεγμονώδη φάρμακα.



ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ

Σαλικυλικό οξύ, Οξικός ανυδρίτης, φωσφορικό οξύ, οξικός αιθυλεστέρας, αιθανόλη, υδατικό διάλυμα FeCl_3 1%, απιονισμένο νερό, κωνική φιάλη 50 mL, υδατόλουτρο, μαγνήτης ανάδευσης, θερμόμετρο, πιπέτες παστέρ, ογκομετρικός κύλινδρος, γυάλινη ράβδος, παγόλουτρο, χωνί Buchner, κωνική φιάλη κενού, υδραντλία κενού, ηθμοί Whatman, σπάτουλα, λαβίδα, κωνική φιάλη 250 mL, ύαλος ωρολογίου, δοκιμαστικοί σωλήνες, στατό δοκιμαστικών σωλήνων ξηραντήρας, ζυγός, πυριατήριο, θερμαινόμενος μαγνητικός αναδευτήρας.

Πειραματική πορεία

- ▶ Σε κωνική φιάλη των 50mL, ζυγίζονται 2g σαλικυλικού οξέος.
- ▶ Στη φιάλη προστίθενται 5mL οξικού ανυδρίτη, (μετρημένα με ογκομετρικό κύλινδρο) και 5 σταγόνες φωσφορικού οξέος.
- ▶ Η κωνική φιάλη τοποθετείται σε υδατόλουτρο, (προσοχή να μην ακουμπά στον πυθμένα), το οποίο βρίσκεται επάνω σε θερμαινόμενο μαγνητικό αναδευτήρα.

Εργασία στην απαγωγή αερίων

Θέρμανση υπό ανάδευση για 15 min στους 75°C. Έλεγχος της θερμοκρασίας του υδατόλουτρου με θερμόμετρο. ΠΡΟΣΟΧΗ η κωνική να μην ακουμπά στον πυθμένα του υδατόλουτρου



Ποσότητες αντιδρώντων

- ▶ 2 g Σαλικυλικού οξέος
- ▶ 5 mL οξικού ανυδρίτη και

Καταλύτης:
5 σταγόνες
 H_3PO_4

- Ακολουθεί θέρμανση στους 75°C , υπό ομαλή ανάδευση. Ελέγχεται με θερμόμετρο συνεχώς τη θερμοκρασία του υδατόλουτρου.
- Εφόσον στο σύστημα επέλθει η θερμοκρασία των 75°C , αυτή διατηρείται για 15 min, οπότε η αντίδραση ολοκληρώνεται.

Εργασία στην απαγωγό εστία

Αναλκική Απ. Γαλάνη



➤ Προσθήκη στην κωνική 5 mL οξικού ανυδρίτη και στγ φωσφορικού οξέος

➤ Θέρμανση για 15 min στους 75°C

Ζύγιση 2 g σαλικυλικού οξέος σε κωνική φιάλη

- Μετά το πέρας των 15 min θέρμανσης στους 75 °C προστίθενται στη φιάλη 2 mL H₂O και παρατηρείται έκλυση υδρατμών οξικού οξέος. Όταν η έκλυση υδρατμών οξικού οξέος σταματήσει, προστίθενται άλλα 20 mL H₂O.





- Μετά την προσθήκη 20mL νερού στη φιάλη, αυτή αφήνεται να ψυχθεί ώστε να σχηματιστούν κρύσταλλοι ακετυλοσαλικυλικού οξέος.
- Είναι δυνατόν ο σχηματισμός κρυστάλλων να υποβοηθηθεί τοποθετώντας τη φιάλη σε παγόλουτρο και τρίβοντας τα τοιχώματα με γυάλινη ράβδο ώστε να δημιουργηθούν πυρήνες κρυστάλλωσης.





- Το περιεχόμενο της φιάλης διηθείται υπό κενό. Κλείνεται το κενό και προστίθενται στο χωνί Buchner 5mL πολύ παγωμένου νερού (διαλύτης έκπλυσης των κρυστάλλων). Μετά από λίγα δευτερόλεπτα ανοίγεται το κενό με αποτέλεσμα την απομάκρυνση των υγρών έκπλυσης και των προσμίξεων.
- Το προϊόν τοποθετείται σε προζυγισμένο σκεύος.
- Γίνεται έλεγχος ύπαρξης σαλικυλικού οξέος στο προϊόν. Ο έλεγχος πραγματοποιείται με τη βοήθεια διαλ/τος FeCl_3 , (1% σε υδατικό διάλυμα),

Τεστ τριχλωριούχου σιδήρου για έλεγχο ύπαρξης σαλικυλικού οξέος ως παραπροϊόν

17

Αγγελική Απ. Γαδάνη

Μωβ
Χρώμα

1^{ος} δοκιμαστικός

Προστίθεται επίσης ελάχιστη ποσότητα σαλικυλικού οξέος

2^{ος} δοκιμαστικός

Προστίθεται επίσης ελάχιστη ποσότητα προϊόντος αντίδρασης

3^{ος} δοκιμαστικός

Δεν προστίθεται τίποτε άλλο είναι το blanc

Εάν δεν υπάρχει σαλικυλικό ως παραπροϊόν Το χρώμα παραμένει ίδιο περίπου μετου Blanc (FeCl_3)

Χρώμα
 FeCl_3

Και στους 3 δοκιμαστικούς σωλήνες προσθέτουμε 1mL αιθανόλης και 1 σταγόνα FeCl_3 1% σε υδατικό διάλυμα.



Τοποθετείται το προϊόν σε πυριατήριο στους 50°C για 24 h προς ξήρανση.

Τοποθετείται σε ξηραντήρα ώστε να αποκτήσει θερμοκρασία περιβάλλοντος και ζυγίζεται.

Προσδιορίζεται το σημείο τήξεως.

Υπολογίζεται η απόδοση

Διαλύτες ανακρυστάλλωσης ακετυλοσαλικυλικού οξέος

- A. Οξικός αιθυλεστέρας, (ελάχιστα mL 2 με 3)
- B. Προσθήκη αιθανόλης, θέρμανση έως τη διάλυση και στη συνέχεια προσθήκη νερού
 - 10 mL αιθανόλης και θέρμανση σε υδατόλουτρο υπό ανάδευση έως την πλήρη διάλυση.
 - Προσθήκη σταγόνων νερού έως ότου παρατηρηθεί θόλωση.
 - Εφόσον η φιάλη κρυώσει, τοποθετείται σε παγόλουτρο, ώστε να καταβυθιστούν οι κρύσταλλοι.
 - Διήθηση υπό κενό και παραλαβή καθαρού προϊόντος.

3. Μετρήσεις - Αποτελέσματα

3. Μετρήσεις – Αποτελέσματα

Μάζα Σαλικυλικού οξέος	Όγκος Οξικού Ανυδρίτη	Μάζα Οξικού Ανυδρίτη d=1,08g /mL	Μάζα ξηρού ακετυλοσα- λικυλικού οξέος	Θεωρητική Απόδοση	% Απόδοση	Σ.Τ. Ακετυλοσα- λικυλικού οξέος

ΑΝΑΛΥΣΗ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

1. Υπολογίστε την % απόδοση της σύνθεσης.
2. Σε περίπτωση που θα συνθέτατε 2,2 g ακετυλοσαλικυλικού οξέος ποια θα ήταν η απόδοση της αντίδρασής;
3. Ο οξικός ανυδρίτης αντιδρά με το νερό και δίνει οξικό οξύ. Γράψτε την αντίδραση.

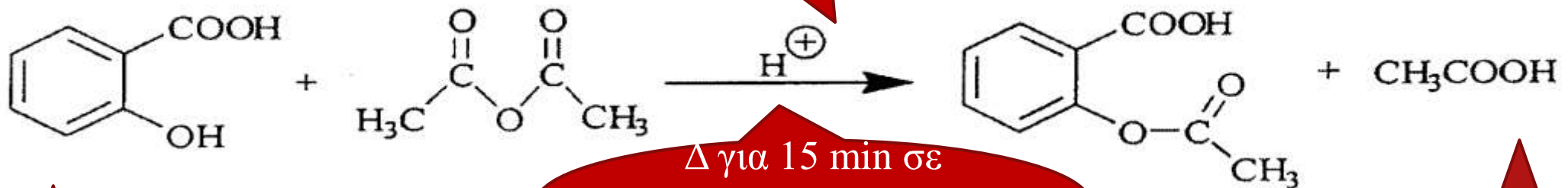
$$\begin{aligned} \% \text{ απόδοση σύνθεσης ασπιρίνης} &= \\ &= \left[\frac{\text{g ξηρής ουσίας που συντέθηκε}}{\text{g θεωρητικής απόδοσης (2,61)}} \right] \times 100 \end{aligned}$$

Αντίδραση Παρασκευής ασπιρίνης²⁴

Προσοχή ο οξικός ανυδρίτης προκαλεί σοβαρά εγκαύματα. Στην απαγωγή εστία με γάντια και γυαλιά η χρήση

Καταλύτης
ο- Φωσφορικό οξύ H_3PO_4 (στυ)

και φωσφορικού οξέος η χρήση στην απαγωγή εστία με γάντια και γυαλιά



Δ για 15 min σε υδατόλουτρο στους $75^{\circ}C$

Σαλικυλικό οξύ
($C_7H_8O_3$)
 $M_r = 138,12$

Οξικός Ανυδρίτης
($C_4H_6O_3$)
 $M_r = 102,09$ $d=1,08$ g/mL

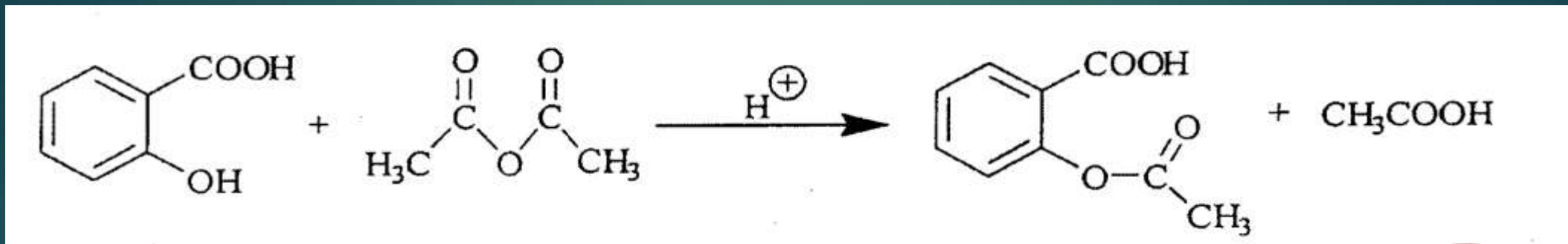
Ακέτυλοσαλικυλικό οξύ ($C_9H_8O_4$)
 $M_r = 180,16$

Οξικό οξύ ($C_2H_4O_2$)
 $M_r = 60,01$

Θεωρητική απόδοση αντίδρασης παρασκευής ασπιρίνης

25

Αγγελική Απ. Γαδώνη



Σαλικιλικό οξύ
(2 g)/(138,12
g/mol)= 0,0145 mol

Οξικός Ανυδρίτης
(5 mL) . (1,08 g/mL) =
5,4 g =
(5,4 g) / 102,09 g/mol)
= 0,053 mol

Για
100%
απόδοση

0,0145 mol
ακετυλοσαλικιλικού
= (0,0145 mol) ×
(180,16 g/mol) =
2,61 g

- ▶ Αγγελική Απ. Γαλάνη, « Σημειώσεις Εργαστηρίου Οργανικής Χημείας», Τμήμα Δ.Π.Φ.Π., Πανεπιστήμιο Πατρών, Ιούνιος 2016
- ▶ Εργαστήριο Οργανικής Χημείας, Εθνικό Μετσόβιο Πολυτεχνείο, Τμήμα Χημικών Μηχανικών, Τομέας Χημικών Επιστημών, «Εργαστηριακές Ασκήσεις», Αθήνα, 2011
- ▶ <http://www.chem.latech.edu/~deddy/chem104/104Aspirin.htm>
- ▶ <https://www.youtube.com/watch?v=frbqidkMNqI>
- ▶ [https://chem.libretexts.org/Bookshelves/Ancillary_Materials/Laboratory_Experiments/Wet_Lab_Experiments/Organic_Chemistry_Labs/Experiments/1%3A__Synthesis_of_Aspirin_\(Experiment\)](https://chem.libretexts.org/Bookshelves/Ancillary_Materials/Laboratory_Experiments/Wet_Lab_Experiments/Organic_Chemistry_Labs/Experiments/1%3A__Synthesis_of_Aspirin_(Experiment))
- ▶ <https://www.birmingham.ac.uk/undergraduate/preparing-for-university/stem/Chemistry/stem-legacy-purify-organic.aspx>
- ▶ <file:///C:/Users/user/Desktop/Acetylosalicylic%20acid%20%CE%A3%CF%85%CE%BD%CF%84%CE%B7%CE%B5%CF%83%CE%B9%CF%83/Exp%205%20-%20AspirinF11.pdf>
- ▶ http://aui.ma/personal/~S.ElHajjaji/Labmanual/Manuals/CHE2401Manual/CHE2401_LabManual_JULY2015.pdf