

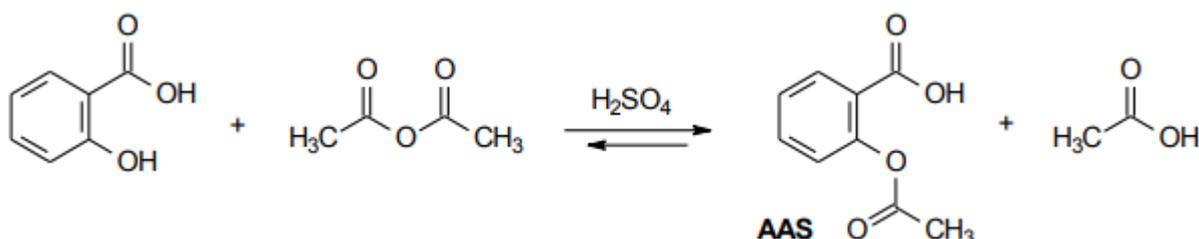
PREPARAÇÃO E PURIFICAÇÃO DA ASPIRINA (AAS)

1 - INTRODUÇÃO

O Ácido Acetilsalicílico (AAS), também conhecido como Aspirina, é um dos fármacos mais populares mundialmente produzidos e consumidos. O AAS foi desenvolvido na Alemanha em 1897 por Felix Hoffmann, um pesquisador das indústrias Bayer. Este fármaco de estrutura relativamente simples atua no corpo humano como um poderoso analgésico (alivia a dor), antipirético (reduz a febre) e anti-inflamatório. Tem sido empregado também na prevenção de problemas cardiovasculares, devido à sua ação anticoagulante. Um comprimido de aspirina é composto de aproximadamente 500 mg de AAS. A síntese do AAS é possível por meio de uma reação de acetilação do ácido salicílico (1), um composto aromático bifuncional (ou seja, possui dois grupos funcionais: fenol e ácido carboxílico). O emprego do ácido salicílico como um fármaco é limitado por seus efeitos colaterais como profunda irritação na mucosa da boca, garganta e estômago. No caso do preparo da aspirina, a reação de acetilação constitui a etapa final da síntese. Entretanto, a acetilação e algumas outras reações podem, às vezes, serem realizadas para proteger um grupo funcional, de modo a torná-lo não-reativo diante de determinado reagente. Existem diversos procedimentos estabelecidos para a proteção de grupos funcionais, e a escolha do grupo protetor depende das condições de reação. A proteção de grupos hidroxila de álcoois e fenóis é, frequentemente, realizada por meio da acetilação.

Nesta prática, será realizada a síntese do ácido acetilsalicílico, por meio da reação do ácido salicílico e anidrido acético, em presença de ácido sulfúrico concentrado. Como produtos da reação, obtêm-se o ácido acetilsalicílico e o ácido acético.

O ácido acetilsalicílico será purificado por recristalização. Para a identificação e análise de pureza do produto de reação será utilizada a cromatografia em camada delgada (CCD).



2) PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Coloque 2,5 g de ácido salicílico seco e 5 mL de anidrido acético em um balão de 125 mL. Adicione 5 gotas de ácido sulfúrico concentrado (ou ácido fosfórico 85%). Homogeneíze o sistema para assegurar uma mistura completa. Acople um condensador de refluxo e aqueça a reação em banho-maria (por volta de 60 ° C), mantendo a agitação durante 20 minutos. Deixe a mistura esfriar e agite ocasionalmente. Adicione 50 mL de água gelada. Espere formar os cristais para filtrar no funil de Büchner, lavando com água gelada. Separe uma pequena quantidade de amostra (5-10 mg) para posterior determinação do ponto de fusão.

Recristalize o sólido obtido com uma mistura de EtOH/H₂O, pois o ácido acetilsalicílico é solúvel em etanol e em água quente, mas pouco solúvel em água fria. Por diferença de solubilidade em um mesmo solvente (ou em misturas de solventes), é possível purificar o ácido acetilsalicílico eficientemente através da técnica de recristalização, seque o produto e determine o ponto de fusão do produto obtido.

O ácido acetilsalicílico deve ser mantido em lugar seco. Em presença de umidade é lentamente hidrolisado, liberando ácido salicílico e ácido acético. A decomposição é detectada pelo aparecimento de uma coloração indo de vermelho a violeta quando o produto é tratado com cloreto férrico (FeCl_3). O ácido salicílico, como a maioria dos fenóis, forma um complexo altamente colorido com Fe(III) . Para determinar se há algum ácido salicílico remanescente em seu produto, realize o seguinte procedimento:

Transfira cerca de 20 mg do material a ser analisado para um tubo de ensaio. Em seguida, adicione de 3 a 5 gotas de solução alcoólica de cloreto férrico. Agite e observe o que aconteceu. Repita o procedimento com uma amostra de fenol.

3) QUESTÕES:

- 1) Calcule o rendimento da reação.
- 2) O ácido sulfúrico atua, na reação de preparação do AAS, como um reagente ou como um catalisador? Justifique.
- 3) Ao purificar um composto por recristalização, é aconselhável esfriar a solução lenta ou rapidamente? Explique. Cite outra(s) técnica(s) utilizadas para iniciar a formação de cristais.
- 4) Na etapa de filtração a vácuo, os cristais formados são lavados com água gelada. Por quê?