

**TỔNG LIÊN ĐOÀN LAO ĐỘNG VIỆT NAM
TRƯỜNG ĐẠI HỌC TÔN ĐỨC THẮNG
KHOA KHOA HỌC ỨNG DỤNG**



THÍ NGHIỆM HÓA HỮU CƠ

BÀI 2: TỔNG HỢP ASPIRIN

Người hướng dẫn : **ThS. TRẦN HOÀI KHANG**
Người thực hiện: **NGÔ DANH NHÂN – 61502174**
NGUYỄN THỊ DIỄM SƯƠNG – 61502044
LÊ THỊ HỒNG NHUNG – 61502029

NHÓM: C2-04

THÀNH PHỐ HỒ CHÍ MINH, NĂM 2017

I/ Tổng quát

Chất tham gia phản ứng – Sản phẩm	Khối lượng phân tử (g/mol)	Nhiệt độ sôi (°C)	Nhiệt độ nóng chảy (°C)	Tỷ trọng (g/ml)	Lý tính
Acid Salicylic	138,12	200	158,6	1,448	Là Acid không màu, kết tinh không hòa tan trong nước.
Anhydride Acetic	102,9	139,8	-73,1	1,08	Là chất không màu nhưng có mùi đặc trưng của Acid Acetic.
H ₂ SO ₄ đđ	98,073	338		1,84	Là acid mạnh không mùi, không màu không bay hơi – tỏa nhiệt mạnh tác dụng với nước.
Acid Acetic	87	118	16,5	1,049	Là chất lỏng không màu có vị chua, là một acid yếu. Còn gọi là dấm công nghiệp, có tính ăn mòn kim loại như sắt, mangan và kẽm.
FeCl ₃	162,5	316	307,2	2,9	Ở dạng rắn có màu nâu đen và ở dạng lỏng cũng là màu nâu đen, có mùi như HCl nhẹ.
Aspirin (Acid aceticsalicylic)	180,16	140	138	1,40	Là tinh thể màu trắng, tan kém trong nước, tan nhiều trong CH ₃ COOH đun nóng.

II/ Hóa chất và thiết bị

Hóa chất

Acid Salicylic	3g
Anhydride Acetic	6ml
H ₂ SO ₄ đđ	1ml
Acid Acetic	6ml
FeCl ₃	1ml
H ₂ O	40ml

Thiết bị

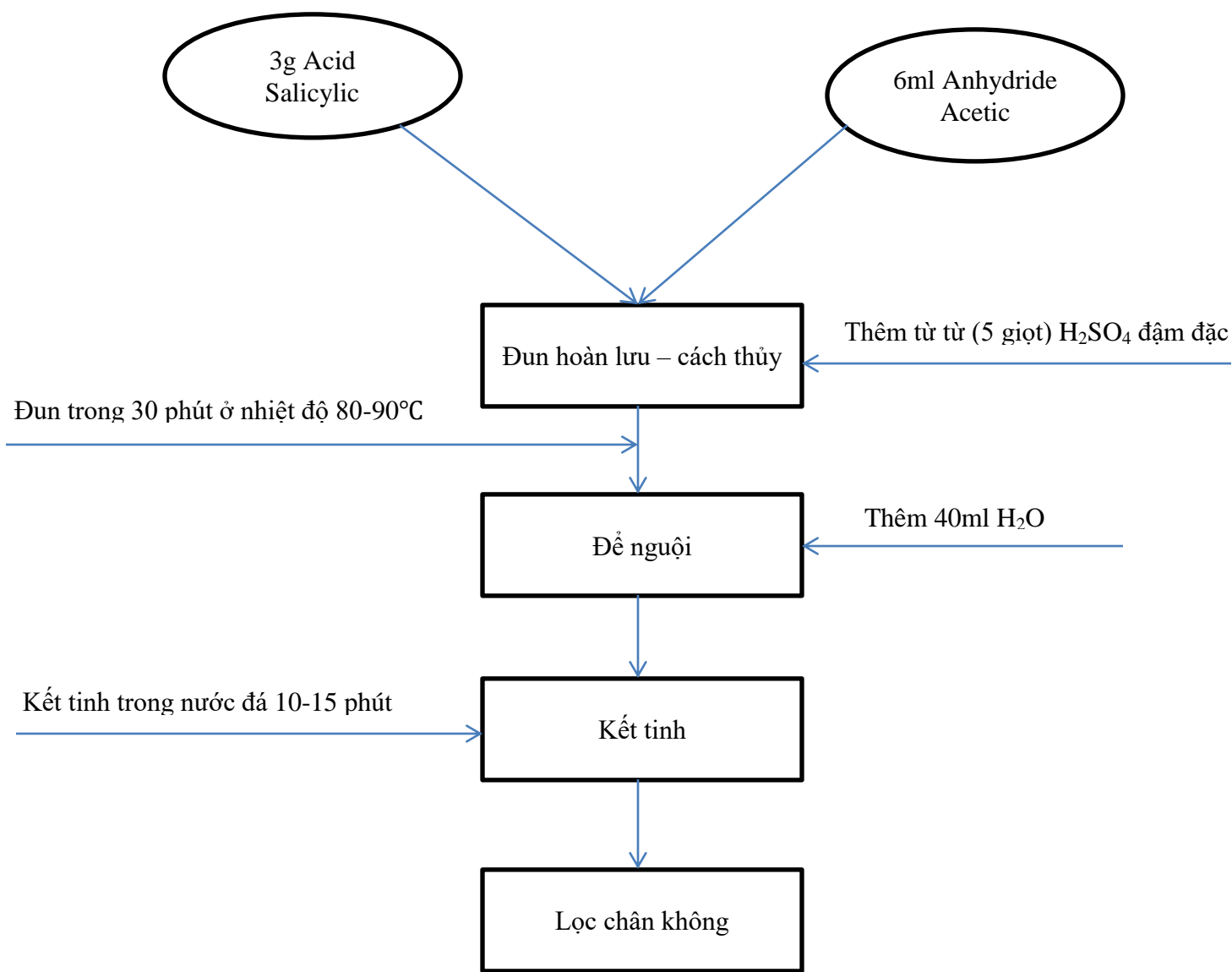
Hệ thống đun cách thủy có hoàn lưu (bếp, ống sinh hàn, ống dẫn nước, cá từ,...)

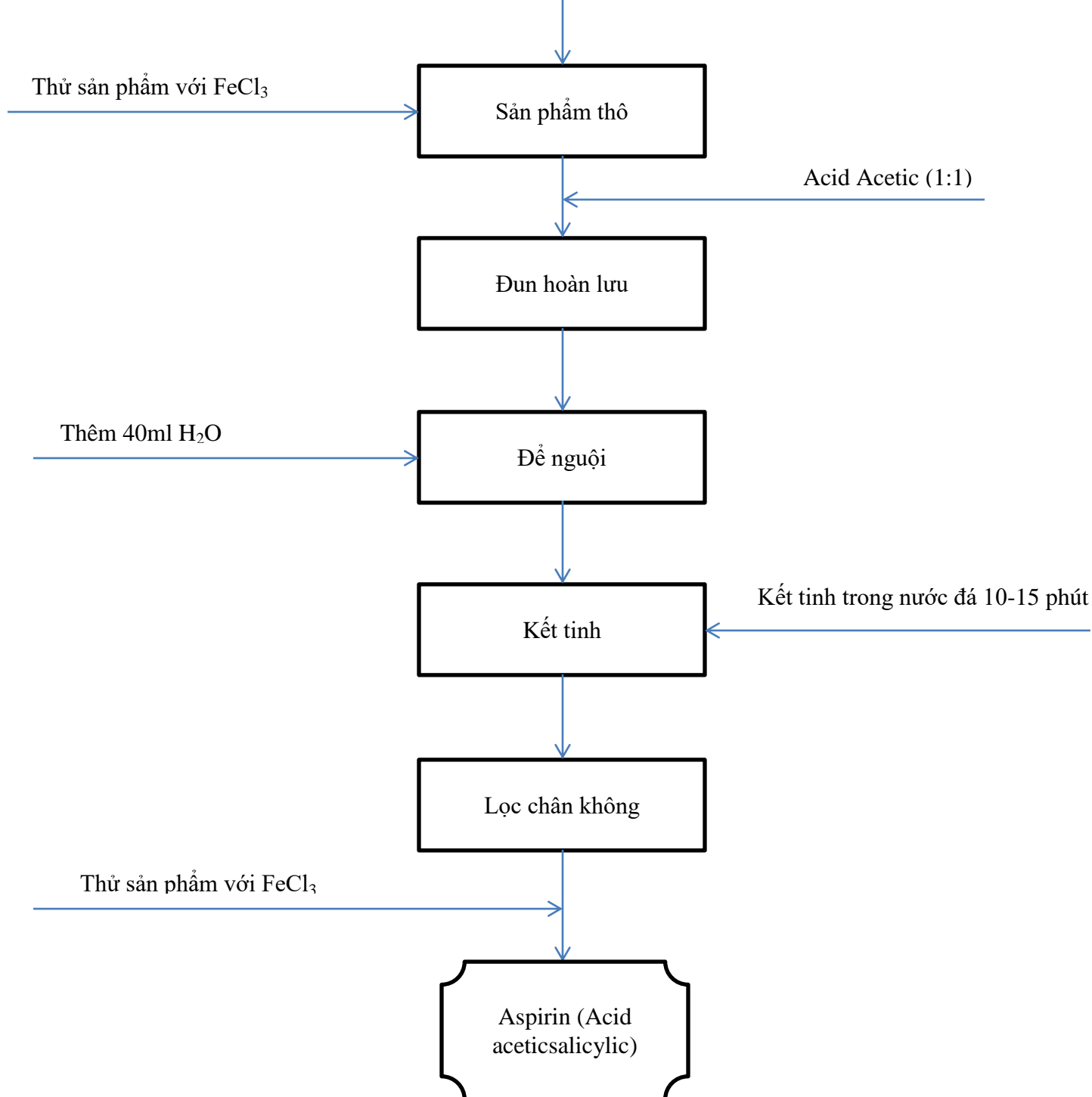
Nhiệt kế

Nước đá

Dụng cụ lọc chân không

III/ Thực nghiệm



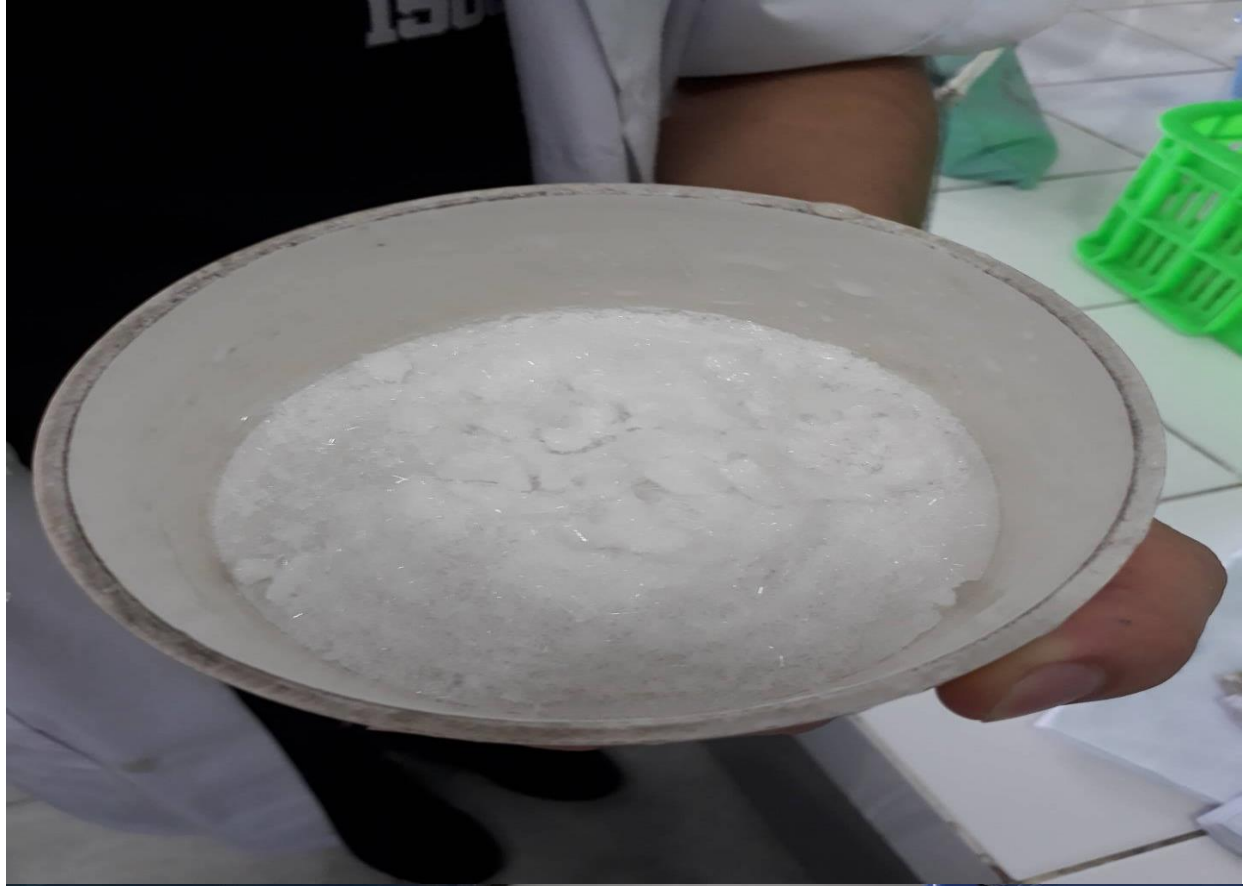


- Cân chính xác 3g Acid Salicylic vào bình cầu, thêm 6ml Anhydride Acetic và khoảng 5 giọt acid H_2SO_4 đậm đặc.
- Đun hoàn lưu cách thủy trong 30 phút và giữ nhiệt độ $80-90^\circ\text{C}$. Sau khi phản ứng kết thúc, cho dung dịch vào becher để nguội và thêm 40ml nước – kết tinh trong nước đá khoảng 10-15 phút.



- Lọc chân không thu được sản phẩm thô – thử sản phẩm với FeCl_3 (lấy một ít sản phẩm thô cho vào becher và thêm nước, nhỏ vài giọt FeCl_3) nếu dung dịch chuyển màu tím thì ta tiếp tục tinh chế sản phẩm.
- Thêm 6ml Acid Acetic vào sản phẩm và tiếp tục đun hoàn lưu đến khi sản phẩm tan hết. Cho dung dịch vào becher để nguội và thêm 40ml nước – kết tinh trong nước đá 10- 15 phút.



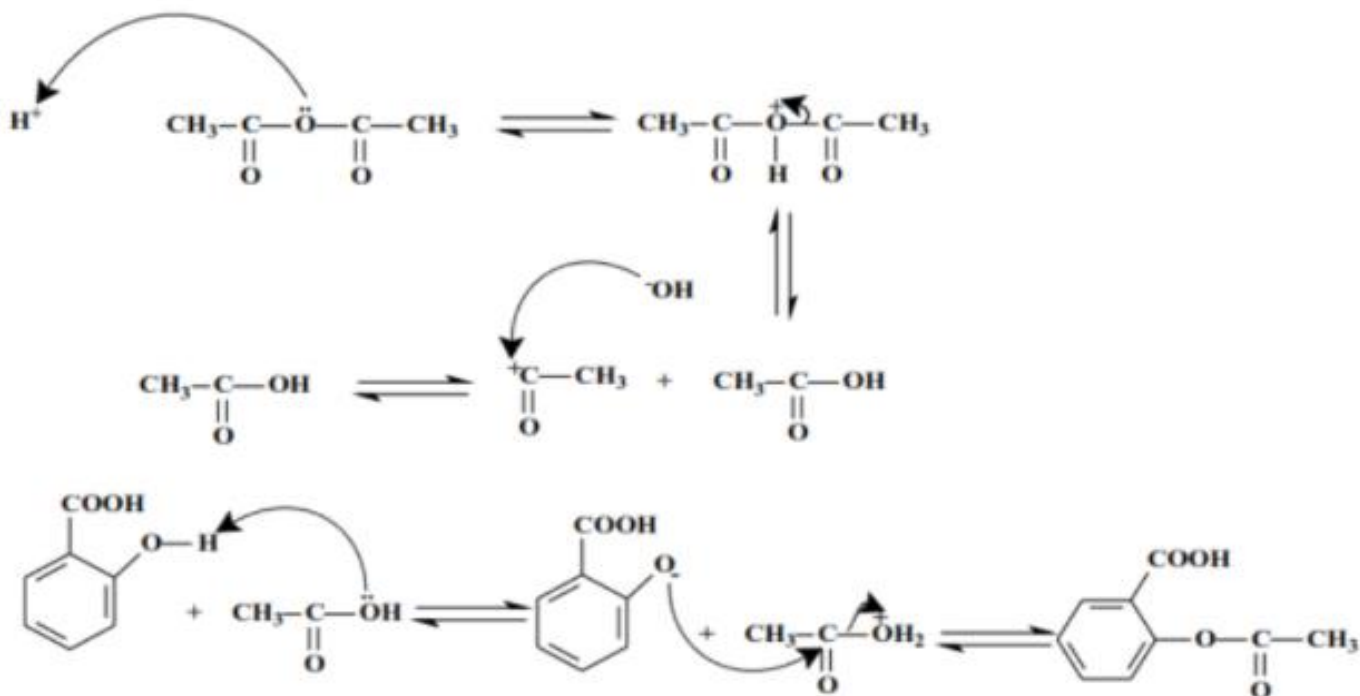


- Lọc chân không, thu được sản phẩm thử với FeCl_3 (nếu dung dịch không chuyển màu tím – sản phẩm ít tạp chất hoặc không còn tạp chất để tạo phức với FeCl_3).



IV/ Kết quả và bàn luận

- Qua các bước thực nghiệm ta thu được 2,09 g Aspirin, đây loại thuốc chống viêm, điều trị các cơn đau nhẹ và có tác dụng hạ sốt. Là thành phần chủ yếu trong các loại thuốc điều trị viêm khớp, viêm cột sống, thoái hóa khớp và các bệnh liên quan đến sụn – sụn,...Aspirin cũng có tác dụng điều trị các bệnh về tim mạch như nhồi máu cơ tim, sốt huyết não, huyết áp tăng. Do Aspirin có cơ chế hoạt động độc lập tác dụng làm giãn thành mạch máu, giúp máu lưu thông tốt.
- Cơ chế phản ứng điều chế Aspirin chính là phản ứng este hóa giữa Acid Salicylic và Anhydride Acetic trong môi trường Acid (H_2SO_4 đậm đặc). Ta chọn acid H_2SO_4 đậm đặc vì có độ đậm đặc lên đến 98% và acid này không mang nước vào trong hệ. Trong quá trình đun ta phải giữ nhiệt độ ($80-90^\circ\text{C}$) vì nhiệt độ cao sẽ xảy ra các sản phẩm phụ khác làm mất độ tinh khiết của Aspirin.
- Cơ chế phản ứng este hóa giữa Anhydride acetic là $\text{S}_\text{N}(\text{CO})$: Nhóm carbonyl của Anhydride được proton hóa – hình thành cation trung gian. Tiếp theo là giai đoạn tấn công của nguyên tử Oxygen trên phân tử Acid Salicylic vào cation. Theo sau giai đoạn proton hóa là tạo thành CH_3COOH , sau cùng là giai đoạn tách proton, tái sinh xúc tác, hình thành Aspirin.



- Phân tử Acid Salicylic chứa hai nhóm chức trong đó có một nhóm chức là phenol và một nhóm là acid carboxylic, do có hiệu ứng hút điện tử mạnh trên nhân của benzen làm cho gốc phenol không phản ứng este hóa được với acid carboxylic nên ta chỉ sử dụng anhydride acetic.
- Giai đoạn tinh chế Aspirin thô trong dung dịch CH_3COOH đun nóng là do Aspirin và tạp chất chỉ tan được trong dung dịch CH_3COOH nóng không tan được trong lạnh, khi tinh chế bằng cách này ta cần lưu ý là phải đun hoàn lưu hoặc đậy kĩ becher khi đun để tránh thất thoát CH_3COOH ra ngoài làm ảnh hưởng đến quá trình tinh chế sản phẩm.
- Qua trình kết tinh- lọc sản phẩm; khi cho thêm nước vào dung dịch chứa Aspirin, do nước không ảnh hưởng đến sản phẩm vì Aspirin có độ tan rất kém trong nước 0,33% (25°C). Nhưng ngược lại acid sunfuric và CH_3COOH lại tan rất tốt trong nước nên ta thêm nước vào để loại bỏ.

Hiệu suất

Số mol Acid Salicylic

$$n_{\text{Acid}} = \frac{m}{M} = \frac{3}{138} = 0,0217 \text{ mol}$$

Số mol Anhydride Acetic

$$n_{\text{Anhydride}} = \frac{V \cdot d}{M} = \frac{1,08 \cdot 6}{102} = 0,0635 \text{ mol}$$

Số mol Aspirin

$$n_{\text{Aspirin}} = n_{\text{Acid}} = 0,0217 \text{ mol}$$

Khối lượng lý thuyết thu được Aspirin

$$m_{\text{lý thuyết}} = 0,0217 * 180 = 3,906 \text{ g}$$

$$H = \frac{2,09}{3,906} * 100 = 53,50 \%$$

