



# Estácio

**SÍNTESE E PURIFICAÇÃO DO ÁCIDO ACETILSALICÍLICO ATRAVÉS DA RECRISTALIZAÇÃO UTILIZANDO DIFERENTES TIPOS DE SOLVENTES**

**SYNTHESIS AND PURIFICATION OF ACID ACETYLSALICYLIC THROUGH TECHNICAL RECRYSTALLIZATION USING DIFFERENT TYPES OF SOLVENTS**

**SÍNTESIS Y PURIFICACIÓN DE ÁCIDO ACETILSALICÍLICO ATRAVÉS DE LA RECRISTALIZACIÓN USANDO DIFERENTES TIPOS DE DISOLVENTES**

**MENDES, ALINE SOUZA**

**PERUCH, MARIA DA GLORIA BUGLIONE**

**FRITZEN, MARCIO FRITZEN**

## **RESUMO**

A síntese e purificação do ácido acetilsalicílico através da técnica de recristalização utilizando diferentes tipos de solventes foi alvo deste trabalho. Realizamos a síntese do ácido acetilsalicílico através do processo de acetilação do ácido salicílico reagindo com anidrido acético sob efeito de catálise ácida usando-se ácido sulfúrico. A solução obtida foi subsequentemente resfriada e observou-se a formação dos cristais de ácido acetilsalicílico, os quais foram isolados por filtração à vácuo e recristalizados em mistura contendo diferentes tipos de solventes: álcool etílico, acetato de etila e acetona. A pureza das amostras obtidas foi avaliada pela medida da temperatura e faixa de fusão. Concluímos que a metodologia

proposta para a síntese do ácido acetilsalicílico mostrou-se simples e eficaz. Alcançou-se um rendimento em torno de 66% para a síntese do AAS, este resultado é satisfatório já que se chegou a um grau de pureza de 86%. A metodologia proposta para a purificação do ácido acetilsalicílico com álcool etílico, acetato de etila e acetona são de fácil manipulação e resulta em um produto mais puro, onde se alcançou uma purificação de 99% do AAS sintetizado purificado com acetato de etila.

**Descritores:** aspirina, síntese química, purificação

### **ABSTRACT**

The synthesis and purification of the acetylsalicylic acid by recrystallization techniques using different solvents was aim of this work. We performed the synthesis of aspirin through the acetylation process of reacting salicylic acid with acetic anhydride under the effect of acid catalysis using sulfuric acid. The solution obtained was subsequently cooled and observed the formation of crystals of acetylsalicylic acid were isolated by vacuum filtration and recrystallized in a mixture containing different solvents: ethanol, ethyl acetate and acetone. The purity of the samples was assessed by measuring the temperature and melting range. We conclude that the proposed methodology for the synthesis of acetylsalicylic acid proved to be simple and effective. Reached a yield around 66% for the synthesis of ASA, this result is unsatisfactory since it has reached a purity of 86%. The proposed methodology for the purification of acetylsalicylic acid and ethyl alcohol, ethyl acetate and acetone are easy to handle and results in a purer product, which achieved a 99% purification of the synthesized ASA purified with ethyl acetate.

**Descriptors:** aspirin, chemical synthesis, purification

### **RESUMEN**

La síntesis y purificación del ácido acetilsalicílico mediante técnicas de recristalización utilizando disolventes diferentes era objetivo de este trabajo. Se realizó la síntesis de la aspirina a través del proceso de acetilación de la reacción de ácido salicílico con anhídrido acético, bajo el efecto de catálisis ácida utilizando ácido sulfúrico. La solución obtenida se enfrió posteriormente y se observa la formación de cristales de ácido acetilsalicílico se aislaron por filtración al vacío y se recristaliza en una mezcla que contiene disolventes diferentes: el etanol, acetato de etilo y acetona. La pureza de las muestras se evaluó midiendo el intervalo de temperatura y de fusión. Se concluye que la metodología propuesta para la

síntesis de ácido acetilsalicílico demostrado ser sencillo y eficaz. Alcanzado un rendimiento alrededor de 66% para la síntesis de ASA, este resultado no es satisfactorio ya que se ha alcanzado una pureza del 86%. La metodología propuesta para la purificación de ácido acetilsalicílico y alcohol etílico, acetato de etilo y acetona son fáciles de manejar y los resultados en un producto más puro, que consigue una purificación 99% de la sintetizado ASA purificó con acetato de etilo.

**Descriptor:** aspirina, síntesis química, purificación

## INTRODUÇÃO

O ácido acetilsalicílico é um fármaco de estrutura relativamente simples atua no corpo humano como um poderoso analgésico, antipirético e antiinflamatório. Tem sido empregado também na prevenção de problemas cardiovasculares, devido à sua ação vasodilatadora<sup>1</sup>.

Mesmo em um mercado altamente competitivo, e com inovações tecnológicas aparecendo a cada dia, a aspirina continua como líder absoluto de seu segmento, e suas vendas aumentam a cada ano. Este fármaco merece, sem sobra de dúvida, o título dado pela revista americana Newsweek: "A Droga Maravilha"<sup>1</sup>.

Sobre o seu mecanismo de ação: a aspirina interfere na síntese da prostaglandina (o hormônio responsável pela dor e inflamação) por inibir a enzima ciclooxigenase. Os efeitos antipiréticos resultam da inibição da síntese da prostaglandina no hipotálamo. A aspirina também aumenta a vaso dilatação e o suor. A inibição da ciclooxigenase também resulta numa diminuição da agregação de plaquetas no sangue, prolongando o sangramento<sup>2</sup>.

A síntese da aspirina é possível através de uma reação de acetilação do ácido salicílico<sup>1</sup>, um composto aromático bifuncional (ou seja, possui dois grupos funcionais: fenol e ácido carboxílico). Os tratamentos químicos são normalmente classificados em função do tipo da ligação carbono - oxigênio – carbono formada, destacando-se as ligações éter, éster e acetal. Entre as diferentes possibilidades existentes para as reações de esterificação, as de acetilação apresentam grandes vantagens em termos de custo e eficiência e têm sido extensivamente usadas na síntese de diversos compostos orgânicos<sup>3</sup>.

### Reação de acetilação

A introdução de um grupo acetila em uma molécula é chamada acetilação. O radical acetila contém um grupo metila ( $\text{CH}_3$ -) ligado por ligação simples a um carbonila. O carbono da carbonila tem um único elétron disponível, com o qual forma uma ligação química com o radical R da molécula. O radical acetila é um componente de muitos compostos orgânicos, incluindo o neurotransmissor acetilcolina e os analgésicos ácido acetilsalicílico (ASS - popular aspirina) e acetanilida<sup>(4)</sup>.

A acilação de uma amina é uma reação ácido base de Lewis, em que o grupo amino básico efetua um ataque nucleofílico sobre o átomo do carbono carboxílico. As aminas podem ser acetiladas de várias maneiras. Dentre elas o uso de anidrido acético, cloreto de acetila ou ácido acético glacial (com redução da água formada na reação). O procedimento envolvendo ácido acético glacial é de interesse comercial em razão de seu menor custo. Por outro lado, ele requer longo tempo de aquecimento. O cloreto de acetila não é recomendado por várias razões. A principal, é que ele reage vigorosamente, liberando HCL, que converte metade da amina no seu cloridrato (sal), tornando-a incapaz de participar da reação. Anidrido acético é preferido nas reações de laboratório. Sua velocidade de hidrólise é suficientemente lenta para permitir que a acetilação da amina seja realizada em soluções aquosas. Este procedimento fornece um produto de alta pureza e com bom rendimento, mas não é apropriado para reação com aminas desativadas (bases fracas). A acetilação é freqüentemente utilizada para "proteger" grupos funcionais amino primários e secundários. Aminas acetiladas são menos suscetíveis a oxidações, menos reativas em reações de substituição aromáticas, e menos propensas a participar de muitas reações típicas das aminas livres, pois são menos básicas. O grupo amino pode ser prontamente regenerado em meio ácido ou básico<sup>5</sup>.

### **Síntese do ácido acetilsalicílico**

A reação de acetilação do ácido salicílico (1) ocorre através do ataque nucleofílico do grupo -OH fenólico sobre o carbono carbonílico do anidrido acético (2), seguido de eliminação de ácido acético (3), formado como um sub-produto da reação. É importante notar a utilização de ácido sulfúrico como um catalisador desta reação de esterificação, tornando-a mais rápida e prática do ponto de vista comercial (Figura 1)<sup>6</sup>.

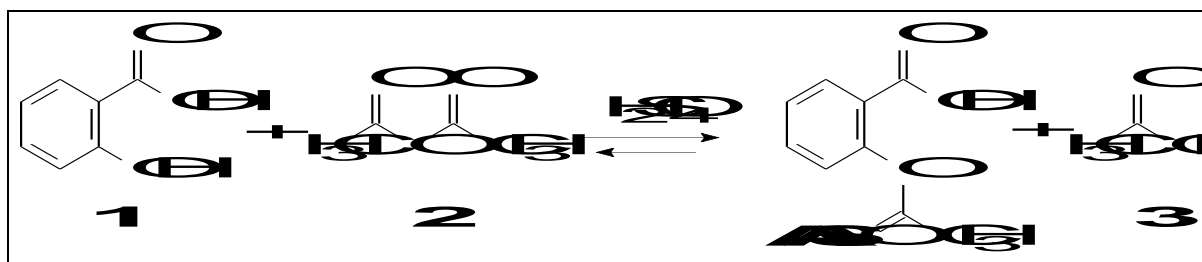


Figura 1. Síntese da aspirina através da reação de acetilação do ácido salicílico.

A maior impureza no produto final é o próprio ácido salicílico, que pode estar presente devido a acetilação incompleta ou a partir da hidrólise do produto durante o processo de isolamento. Esse material pode ser removido durante as várias etapas de purificação e na recristalização do produto.

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.

### **Purificação dos compostos**

Compostos orgânicos sólidos quando isolados de reações orgânicas, raramente são puros; estão geralmente contaminados com pequenas quantidades de outros compostos impuros, que são produzidos ao lado do produto desejado. A purificação de compostos cristalinos impuros é geralmente levada a efeito por cristalização a partir de um solvente apropriado ou de misturas de solventes (os pares de solventes devem ser completamente miscíveis; exemplos: metanol e água, etanol e clorofórmio, clorofórmio e hexano). Deve-se levar em consideração, entretanto, o fato de que cristalização direta de um produto de reação bruta nem sempre é aconselhável, já que certas impurezas podem retardar a velocidade de recristalização e, em alguns casos, podem mesmo impedir inteiramente a formação de cristais; ademais pode ocorrer perda considerável de material. É, portanto, conveniente, adotar outros métodos de purificação.

A purificação de sólidos por cristalização baseia-se em diferenças de suas solubilidades em um dado solvente ou misturas de solventes. Em sua forma mais simples, o processo de cristalização consiste em: (i) dissolução da substância impura em algum solvente apropriado no ponto ou próximo ao ponto de ebulição, (ii) filtração da solução quente para

separar partículas de material insolúvel, (iii) deixar a solução quente esfriar, produzindo assim a cristalização da substância dissolvida, e (iv) separação dos cristais da solução. Após a secagem, testa-se a pureza do sólido resultante (geralmente por uma determinação do ponto de fusão) e, se não estiver puro, recristaliza-se novamente com um novo solvente. O processo é repetido, até que seja obtido o composto puro<sup>7</sup>.

As características mais desejáveis de um solvente apropriado para a recristalização de uma determinada substância devem preencher os seguintes requisitos: (i) deve proporcionar uma fácil dissolução da substância a altas temperaturas, (ii) deve proporcionar pouca solubilidade da substância a baixas temperaturas, (iii) deve ser quimicamente inerte, (iv) deve possuir um ponto de ebulição relativamente baixo (para que possa ser facilmente removido da substância recristalizada), (v) deve solubilizar mais facilmente as impurezas do que a substância<sup>7</sup>.

O ponto de fusão é utilizado para identificação do composto e como critério de pureza. A determinação do ponto de fusão é um dos métodos de identificação mais antigos para substâncias orgânicas. O ponto de fusão é um dado que pode ser facilmente determinado e também facilmente tabulado e classificado. As substâncias puras fundem-se a uma temperatura constante. Compostos sólidos com faixas de pontos de fusão pequenas ( $\leq 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) são considerados puros (Figura 2). Já as impuras (misturas) não apresentam um único ponto de fusão definido e, sim, uma faixa de fusão, que será tanto maior quanto mais impurezas contiverem as substâncias<sup>2</sup>.

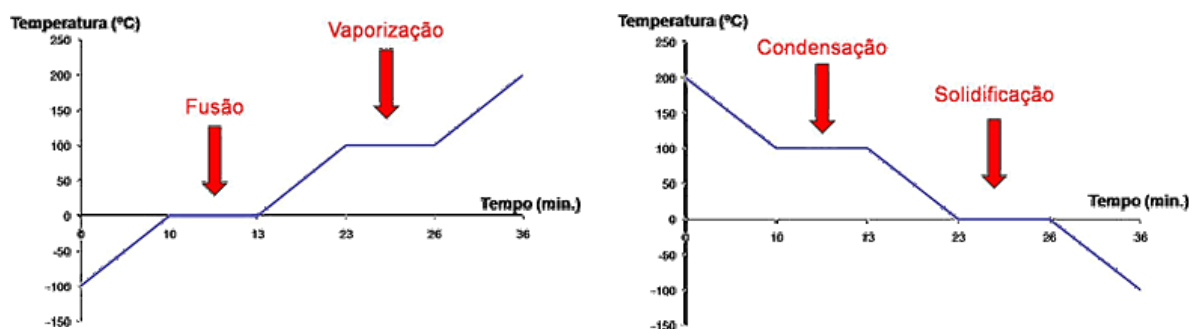


Figura 2. Ponto de fusão e de ebulição de uma substância pura. Arrefecimento de substâncias puras<sup>8</sup>.

Dependendo do aparelho o aquecimento pode ser feito eletricamente ou através de banho. Há vários líquidos que podem ser utilizados como banho de aquecimento e, neste caso, o líquido escolhido depende do sólido a ser fundido. Como no caso do ácido acetilsalicílico a

literatura nos mostra que seu ponto de fusão é em cerca de 135 °C, escolheu-se a glicerina, por ter um elevado ponto de fusão<sup>7</sup>.

A recristalização refere-se a uma substância é basicamente quando os dois sólidos são solúveis num mesmo líquido, podendo acontecer que, durante a evaporação do solvente, um dos sólidos venha a se cristalizar antes, separando-se do outro sólido que ainda permanece em solução. O resfriamento, durante o processo de recristalização, deve ser feito lentamente para que se permita a disposição das moléculas em retículos cristalinos, com formação de cristais grandes e puros<sup>7</sup>.

## **PARTE EXPERIMENTAL**

### **MATERIAIS**

Os seguintes reagentes foram utilizados: ácido salicílico, anidrido acético, ácido sulfúrico concentrado, álcool etílico, acetato de etila, acetona e glicerina. Todos os reagentes químicos usados foram de grau analítico.

### **MÉTODO**

#### **Desenvolvimento da síntese do ácido acetilsalicílico**

O ácido acetilsalicílico foi preparado através da reação de acetilação do ácido salicílico utilizando-se anidrido acético como agente acilante e ácido sulfúrico como catalisador.

Pesou-se entre 3,00 e 5,00 gramas de ácido salicílico e transferiu-se para um frasco erlemmeyer de 125 mL. Em seguida, adicionou-se 5 mL de anidrido acético e agitou-se intensamente até formar uma solução homogênea. Logo após foram adicionadas cuidadosamente 5 gotas de ácido sulfúrico concentrado. Utilizou-se uma chapa de aquecimento com agitação magnética, da marca *DIST*, modelo *DI-03*, para aquecer a água em

banho-maria, até aproximadamente 75° C. Utilizou-se o suporte universal e uma garra para fixar o frasco erlenmeyer dentro do banho em aquecimento, deixou-se o frasco imerso no banho por cerca de 30 minutos, agitando-o cuidadosamente em tempos intermitentes para promover a liberação de vapores. Removeu-se o frasco do banho quente e adicionou-se 10 mL de água destilada gelada. Agitou-se para que ocorresse a liberação completa de vapores. Deixou-se o sistema em repouso até que os cristais fossem formados. A separação dos cristais formados foi feita por filtração a vácuo. Lavou-se os cristais várias vezes com cerca de 20 mL de água destilada gelada até que todo o odor de ácido acético estivesse exaurido. O papel filtro utilizado foi pesado antes da filtração para posterior cálculo de rendimento. O papel filtro junto com os cristais formados foi deixado na estufa à temperatura de 50 °C por 24 horas<sup>(7)</sup>.

Esta técnica foi realizada em quadruplicata, denominadas Síntese-Lote 1, Síntese-Lote 2, Síntese-Lote 3 e Síntese-Lote 4. Após o quarto experimento, juntaram-se todas as massas obtidas e separou-se em três novos lotes para o teste de recristalização, que foram denominados; Recristalização-Lote1, Recristalização-Lote2 e Recristalização-Lote3.

### **Desenvolvimento da recristalização do ácido acetilsalicílico sintetizado.**

A recristalização consiste na purificação do produto pelo solvente. Foram testados três tipos de solvente; álcool etílico, acetato de etila e acetona. Após a formação dos cristais, utilizou-se a técnica do ponto de fusão a fim de verificar a pureza do produto e realizou-se a técnica do ponto de fusão para caracterização. Para cada uma das etapas de purificação calculou-se o grau de pureza da amostra através da determinação do ponto de fusão.

Recristalização com Álcool Etílico: transferiu-se cerca de 3 gramas do sólido obtido para um béquer, adicionou-se 10 mL de álcool etílico e aqueceu-se a mistura entre 56 e 60°C até completa dissolução. Após resfriamento, adicionou-se 50 mL de água destilada gelada lentamente e deixou-se o sistema em repouso durante 15 minutos. Após a formação dos cristais, os mesmos foram separados por filtração a vácuo. Lavaram-se várias vezes com cerca de 20 mL de água destilada gelada. O papel filtro utilizado na filtração foi pesado antes da filtração para posterior cálculo de rendimento. O sólido recristalizado foi seco na estufa a temperatura de 50°C por 24 horas e separados por lote para a posterior utilização da técnica de escolha do melhor solvente apropriado para a obtenção do composto puro. Em seguida, determinou-se o ponto de fusão e dados de resfriamento<sup>7</sup>.



Recristalização com Acetato de Etila: transferiu-se o sólido obtido para um béquer e adicionou-se cerca de 5 mL de acetato de etila, deixando por um período de 15 minutos em banho-maria. Deixou-se a amostra a temperatura ambiente e agitou-se com um bastão de vidro para provocar a cristalização. O sistema permaneceu em repouso, até resfriar completamente por 20 minutos. Filtrou-se, usando um funil de Buchner. Para a secagem, utilizou-se a estufa na temperatura de 50°C por 24 horas. Em seguida, determinou-se o ponto de fusão e dados de resfriamento<sup>7</sup>.

Recristalização com Acetona: transferiu-se o sólido obtido para um béquer e adicionou-se cerca de 5 mL de acetona, deixando por um período de 15 minutos em banho-maria. Deixou-se a amostra a temperatura ambiente e agitou-se com um bastão de vidro para provocar a cristalização. O sistema permaneceu em repouso, até resfriar completamente por 20 minutos. Filtrou-se, usando um funil de Buchner. Para a secagem, utilizou-se a estufa na temperatura de 50°C por 24 horas. Em seguida, determinou-se o ponto de fusão e dados de resfriamento<sup>7</sup>.

### **Determinação do ponto de fusão (ponto de fusão como critério de pureza)**

O ponto de fusão foi realizado logo após a secagem da amostra. Colocou-se 10 mg de amostra dentro de um tubo capilar preso a um termômetro imerso em glicerina, pois a glicerina é uma substância que possui ponto de ebulição de aproximadamente 298 °C, abaixo da temperatura de fusão da amostra. A literatura reporta que o ácido acetilsalicílico possui um ponto de fusão de 135,6 °C. O tubo capilar foi aquecido lentamente e observou-se a faixa de temperatura de fusão inicial e final. Os valores das temperaturas foram obtidos em pequenos intervalos de tempo<sup>9</sup>.

## **RESULTADOS E DISCUSSÃO**

### **Síntese do ácido acetilsalicílico**

As primeiras etapas consistiram em realizar o procedimento da síntese do ácido acetilsalicílico. Foram realizadas quatro sínteses: Síntese-Lote 1, Síntese-Lote 2, Síntese-Lote 3 e Síntese-Lote 4. Os resultados obtidos em termos de massa final de cristais encontram-se na Tabela 1.

Tabela 1. Resultados obtidos na síntese do Ácido Acetilsalicílico com secagem feita a temperatura de 50 °C por 24 horas\*.

<b>Amostra</b>	<b>Massa Inicial Ácido Salicílico, g</b>	<b>Massa Ácido Acetilsalicílico, g</b>	<b>Massa Papel Filtro, g</b>	<b>Massa Final Ácido Acetilsalicílico, g</b>
Síntese-Lote 1	3,0150	3,3200	0,7081	2,6100
Síntese-Lote 2	5,0057	-	0,6235	-
Síntese-Lote 3	5,0035	-	0,7540	-
Síntese-Lote 4	5,1047	-	0,6573	-
Massa final dos 4 lotes				10,2432

\* Temperatura de secagem: 50 °C; tempo de secagem: 24 horas. Para obtermos a massa final de cristais formados o peso do papel filtro foi diminuído.

Não foi possível verificar a massa de ácido acetilsalicílico formada nos lotes Síntese-Lote 2, Síntese-Lote 3 e Síntese-Lote 4.

O rendimento da reação do lote Síntese-Lote 1 foi calculado e obteve-se um rendimento em torno de 66%. Baseando-se neste resultado e por comparação afirma-se que todas as outras reações de síntese mantiveram este padrão de rendimento.

Observou-se que a reação de síntese acontecia rapidamente, ocorrendo formação de cristais ainda no banho-maria em torno dos 40 °C. Assim que a temperatura do banho-maria aumentava o sólido dissolvia-se totalmente. O tempo total de imersão da amostra em banho-maria totalizou aproximadamente 30 minutos. A influência da temperatura de secagem dos cristais foi definida no início do projeto aonde se chegou à conclusão que a melhor temperatura de secagem era 50°C por 24 horas. Utilizou-se a mesma técnica.

### **Ponto de fusão do ácido acetilsalicílico**

Foi utilizada a técnica de determinação do ponto de fusão como indicativo de pureza. Na teoria, o processo de fusão de um sólido puro deve ocorrer sempre à mesma temperatura. Na prática, entretanto, o equilíbrio entre o sólido e líquido quase nunca é atingido, devido a fatores como quantidade da amostra, tamanho do cristal, razão de aquecimento e tipo de equipamento usado.

A Figura 3 contém os resultados obtidos para a análise do ponto de fusão para o ácido acetilsalicílico sintetizado.

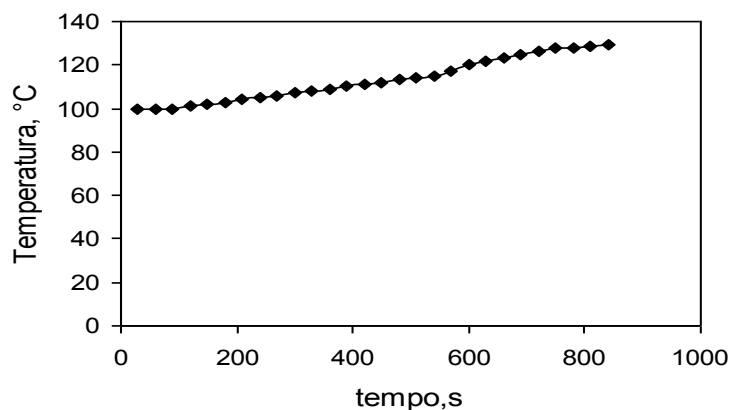


Figura 3. Faixa de temperatura de fusão para o para o ácido acetilsalicílico sintetizado.

Segundo a literatura (Figura 2), uma substância pura muda de fase a uma temperatura constante formando patamares no gráfico de temperatura versus tempo. Não foi possível observar de forma clara esta representação (Figura 3), concluindo-se que a amostra continha impurezas. A presença de pequenas quantidades de purezas em um composto sólido irá produzir uma acentuada depressão no ponto de fusão deste, e também estenderá a faixa de fusão por vários graus. Cada 1% de impureza diminui aproximadamente o ponto de fusão em 1°C. Impurezas, além de diminuírem o ponto de fusão, fazem com que a temperatura varie durante a fusão.

Os dados obtidos durante o resfriamento do ácido acetilsalicílico sintetizado são mostrados na Figura 4.

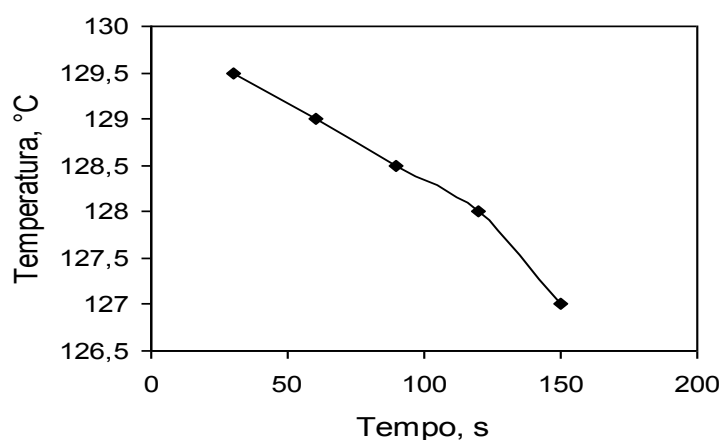


Figura 4. Dados de resfriamento do ácido acetilsalicílico sintetizado.

Segundo a literatura (Figura 2), durante o arrefecimento, uma substância pura muda de fase a uma temperatura constante formando patamares no gráfico de temperatura versus tempo. Não foi possível observar de forma clara esta representação (Figura 4), reforçando a conclusão obtida no aquecimento de que a amostra sintetizada continha impurezas.

Cálculo do Grau de Pureza:

- AAS sintetizado:  $115\text{ }^{\circ}\text{C} - 129\text{ }^{\circ}\text{C} = /14\text{ }^{\circ}\text{C}/$ , em aproximadamente 300 minutos.

- Temperatura em que foi observado o aparecimento da primeira gota de líquido:  $115\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

Grau de Pureza AAS sintetizado: 86%

### **Purificação do ácido acetilsalicílico sintetizado**

Compostos orgânicos sólidos quando isolados de reações orgânicas, raramente são puros, estão geralmente contaminados com pequenas quantidades de outros compostos “impurezas” que são produzidos ao lado do produto desejado. Assim utilizou-se a técnica de recristalização, baseada em diferenças de solubilidades em um dado solvente ou misturas de solvente. Separou-se a massa final e total de AAS sintetizado através dos lotes 1, 2, 3 e 4 (10,2432 g) em 3 lotes, que foram testados para a verificação do melhor solvente.

### **Purificação do AAS sintetizado utilizando como solvente o Álcool Etílico.**

A purificação de sólidos por recristalização baseia-se em diferenças de suas solubilidades em um dado solvente ou misturas de solventes. O primeiro solvente testado para purificar o ácido acetilsalicílico sintetizado foi o álcool etílico (Figura 5).

Pelo grau de pureza calculado o AAS sintetizado e o purificado não apresentaram diferenças significativas. Mas observando-se os gráficos das Figuras 5 e 6 observa-se uma diferença no comportamento da fusão das substâncias. Nota-se que o AAS purificado com álcool etílico e recristalizado tem uma tendência de apresentar o patamar referido na literatura para a mudança de fase.

Apesar do grau de pureza estar bem parecido para as duas amostras, quando comparamos a faixa de fusão para as mesmas temos a seguinte avaliação:

Cálculo do Grau de Pureza:

- AAS sintetizado:  $115\text{ }^{\circ}\text{C} - 129\text{ }^{\circ}\text{C} = /14\text{ }^{\circ}\text{C}/$  em aproximadamente 300 minutos

- AAS purificado:  $115^{\circ}\text{C} - 112\text{ }^{\circ}\text{C} = /3\text{ }^{\circ}\text{C}/$ , em aproximadamente 300 minutos

Grau de Pureza AAS purificado com álcool etílico: 97%

A partir destes valores, conclui-se que a purificação com álcool etílico resultou em um produto mais puro, visto também pela tendência de formação do patamar de mudança de fase.

A estreita faixa de fusão de um dado sólido orgânico pode ser tomada como medida de pureza deste composto. Por esta razão, o intervalo de fusão deve ser sempre reportado como um intervalo, começando com a temperatura na qual o surgimento de uma fase líquida é primeiramente observado e terminado com a temperatura na qual a última fração do sólido se torna líquida.

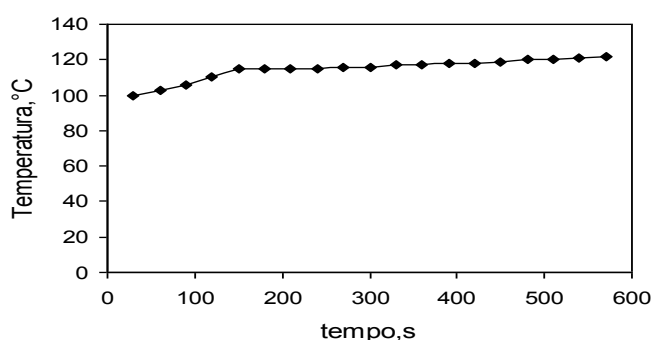


Figura 5. Faixa de temperatura de fusão para o ácido acetilsalicílico recristalizado com álcool etílico.

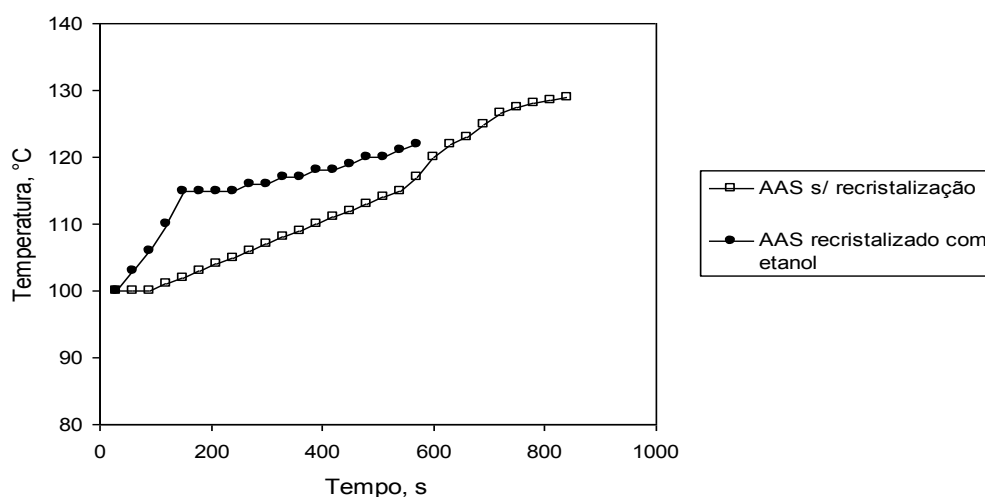


Figura 6: Faixa de temperatura de fusão para o ácido acetilsalicílico sintetizado e para ácido acetilsalicílico recristalizado com álcool etílico.

A seguir são mostrados os dados obtidos durante o resfriamento do ácido acetilsalicílico recristalizado com álcool etílico (Figura 7).

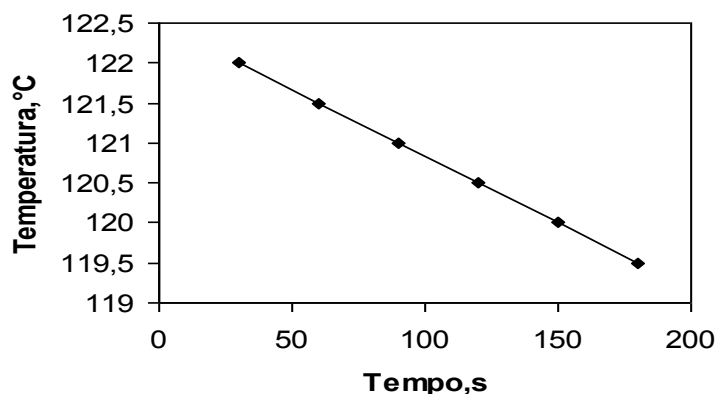


Figura 7: Dados de resfriamento obtidos para o ácido acetilsalicílico recristalizado com álcool etílico.

Segundo a literatura (Figura 2), durante o arrefecimento, uma substância pura muda de fase a uma temperatura constante formando patamares no gráfico de temperatura versus tempo. Não foi possível observar de forma clara esta representação (Figura 7), apesar de concluir-se de que a amostra recristalizada encontra-se mais pura do que a amostra sintetizada.

Percebeu-se também que a aspirina sintetizada tem ponto de fusão inferior ao da aspirina comercial. A literatura reporta que as impurezas fazem com que ocorra um abaixamento da temperatura de fusão. Este comportamento foi observado neste trabalho.

### **Purificação do AAS sintetizado utilizando como solvente o Acetato de Etila.**

A seguir são mostrados os dados obtidos durante o aquecimento (Figura 8) e o resfriamento do ácido acetilsalicílico recristalizado com acetato de etila. (Figura 9).

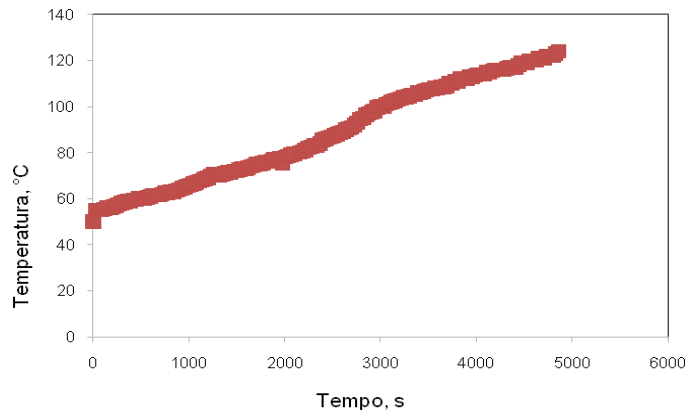


Figura 8. Faixa de temperatura de fusão para o ácido acetilsalicílico sintetizado purificado com o solvente o Acetato de Etila.

Cálculo do Grau de Pureza:

- AAS sintetizado:  $115\text{ }^{\circ}\text{C} - 129\text{ }^{\circ}\text{C} = /14\text{ }^{\circ}\text{C}/$ , em aproximadamente 300 minutos

- AAS purificado:  $115\text{ }^{\circ}\text{C} - 114\text{ }^{\circ}\text{C} = /1\text{ }^{\circ}\text{C}/$ , em aproximadamente 300 minutos

Grau de Pureza AAS purificado com acetato de etila: 99 %

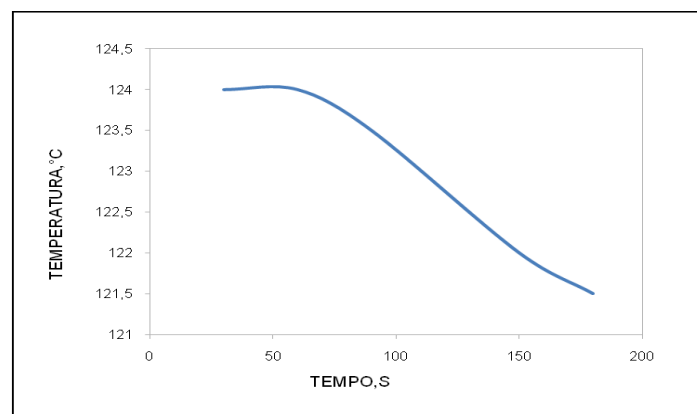


Figura 9: Dados de resfriamento obtidos para o ácido acetilsalicílico recristalizado com acetato de etila.

## Purificação do AAS sintetizado utilizando como solvente o Acetona.

A seguir são mostrados os dados obtidos durante o aquecimento (Figura 10) e o resfriamento do ácido acetilsalicílico recristalizado com acetona (Figura 11).

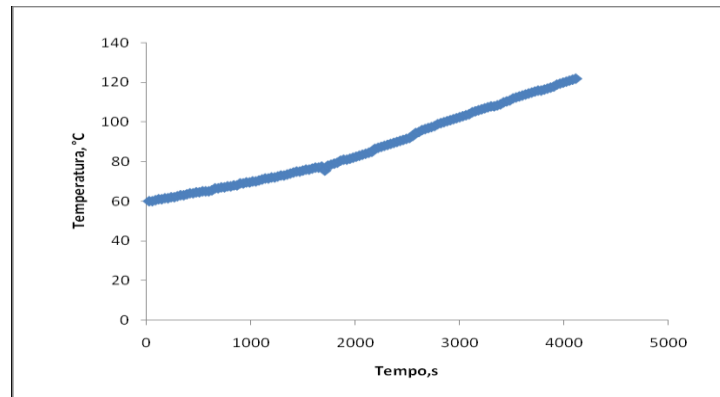


Figura 10. Faixa de temperatura de fusão para o ácido acetilsalicílico sintetizado purificado com o solvente o acetona.

Cálculo do Grau de Pureza:

- AAS sintetizado:  $115\text{ °C} - 129\text{ °C} = /14\text{ °C}/$ , em aproximadamente 300 minutos

- AAS purificado:  $115\text{ °C} - 111\text{ °C} = /4\text{ °C}/$ , em aproximadamente 300 minutos

Grau de Pureza AAS purificado com acetona: 96 %

A seguir são mostrados os dados obtidos durante o resfriamento do ácido acetilsalicílico recristalizado com acetona. (Figura 11).

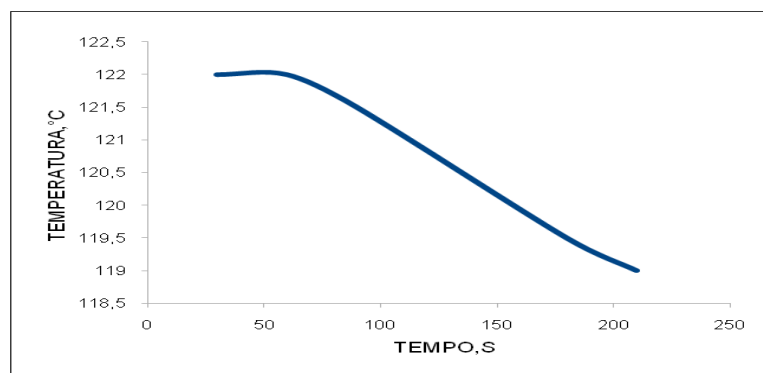




Figura 11: Dados de resfriamento obtidos para o ácido acetilsalicílico recristalizado com acetona.

### **Grau de pureza das substâncias**

A Tabela 2 apresenta um resumo dos resultados obtidos para o grau de pureza das diferentes amostras.

Tabela 2. Grau de pureza obtido para as diferentes amostras.

<b>Amostra</b>	<b>Grau de Pureza, %</b>
AAS sintetizado sem purificação	86
AAS sintetizado e purificado com álcool etílico.	97
AAS sintetizado e purificado com acetato de etila.	99
AAS sintetizado e purificado com acetona.	96

Observando os resultados obtidos observou-se que a recristalização do AAS sintetizado tornou o produto mais purificado, comprovando que compostos orgânicos sólidos quando isolados de reações orgânicas, raramente são puros, estão geralmente contaminados com pequenas quantidades de outros compostos “impurezas” que são produzidos ao lado do produto desejado e que a técnica de recristalização, baseada em diferenças de solubilidades em um dado solvente ou misturas de solvente, pode ser efetiva. O solvente que apresentou maior efetividade foi o acetato de etila.

### **CONCLUSÕES**

A metodologia proposta para a síntese do ácido acetilsalicílico mostrou-se simples e eficaz. Alcançou-se um rendimento em torno de 66% para a síntese do AAS, este resultado é satisfatório já que se chegou a um grau de pureza de 86%. A metodologia proposta para a purificação do ácido acetilsalicílico com álcool etílico, acetato de etila e acetona são de fácil manipulação e resulta em um produto mais puro, onde se alcançou uma purificação de 99% do AAS sintetizado purificado com acetato de etila.

## REFERÊNCIAS

- 1 Revista Eletrônica do Departamento de Química – QMCWEB [*internet*]. Universidade federal de Santa Catarina – UFSC [acesso em: 04 nov 2009]. Disponível em: <http://www.qmc.ufsc.br/qmcweb/artigos/aspirina.html>
- 2 Mano EB, Seabra AP. Práticas de Química Orgânica. 3ª Ed. Edgard Blücher; 2002. 248 p.
- 3 Solomons TWG, Fryhle C. Química Orgânica. 8ª Ed. LTC; 2005. 766 p.
- 4 Nelson DL, Michael MC. Lehninger Principles of Biochemistry. 4th ed. W. H. Freeman and Company, 2005. 19.
- 5 Bruice PY. Química Orgânica. 4ª Ed. Prentice-Hall; 2006. 704 p.
- 6 Bengu, G. The Manufacture of Aspirin. Clean Manufacturing Education Tools. [*internet*]. New Jersey Institute of Technology – 1998. [acesso em 17 fev 2010]. Disponível em: <http://bengu-pc2.njit.edu/trp-chem/aspirins/nap7>
- 7 Vogel AI. Química Orgânica: Análise Orgânica Qualitativa. 3ª Ed. Rio de Janeiro: Ao Livro Técnico; 1987.
- 8 Aquecimento e resfriamento de substâncias puras. [acesso em 10 fev 2012]. Disponível em: [http://www.aulas-fisica-quimica.com/7q\\_11.html](http://www.aulas-fisica-quimica.com/7q_11.html)
- 9 Szpoganicz B, Debacher NA, Stadler E. Experiências de Química Geral. Fundação do Ensino da Engenharia em Santa Catarina: 2001, 151 p.