

ACTIVIDAD PRÁCTICA

Síntesis de salicilato de metilo

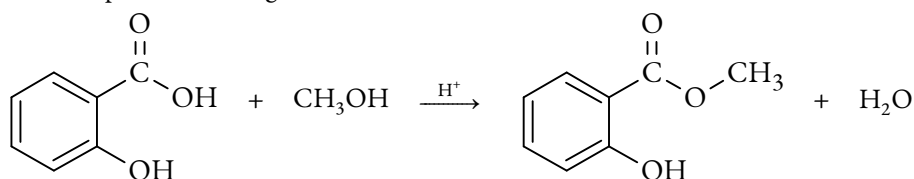
INTRODUCCIÓN

El salicilato de metilo es un líquido orgánico incoloro y viscoso, de aroma característico, usualmente calificado como “mentolado”. Es producido naturalmente por variadas especies de plantas, principalmente los arbustos del género *Gaultheria*.

Tiene utilidad en la industria farmacéutica como analgésico tópico, participando en numerosas formulaciones de pomadas para el tratamiento del dolor articular o muscular. También es utilizado en la industria alimentaria como saborizante en pastillas y gomas de mascar de menta.

Químicamente, el salicilato de metilo es un éster, es decir un compuesto orgánico derivado de un ácido carboxílico y de un alcohol. Los ésteres se caracterizan por tener aromas fuertes, razón por la cual son muy requeridos en perfumería.

En específico, el salicilato de metilo es producido por la reacción del ácido salicílico y el metanol en medio ácido. La reacción que describe este proceso es la siguiente:



Esta reacción es reversible, por lo que al llevar a cabo la preparación deben darse las condiciones para que la reacción inversa no se vea favorecida. Esto puede hacerse de dos formas: aumentando la temperatura o colocando un gran exceso de uno de los reactivos. El aumento de la temperatura es la opción más simple, pero el hacerlo tiene la desventaja de que el metanol, por ser volátil, se eliminaría del sistema. Esto no es deseado, tanto por motivos de seguridad como por motivos de la reacción misma (se eliminaría metanol, que es un reactivo y necesita estar en exceso). Sin embargo, si no se aumentara la temperatura la reacción ocurriría muy lentamente. Para contrarrestar estas situaciones es que se utiliza un equipo de calentamiento a reflujo, es decir un balón acoplado a un refrigerante vertical, que condensará los vapores de metanol al momento que escapen del balón y los devolverá a él.

Como paso posterior a la reacción, es necesario separar el salicilato de metilo del resto de productos formados, así como de los reactivos que quedaron sin reaccionar. Para ello se realizarán una serie de extracciones, y el tratamiento de estos extractos para separar y purificar el producto deseado.

OBJETIVOS

Objetivo general

Sintetizar salicilato de metilo según la reacción del ácido salicílico y el metanol en medio ácido.

Objetivos específicos

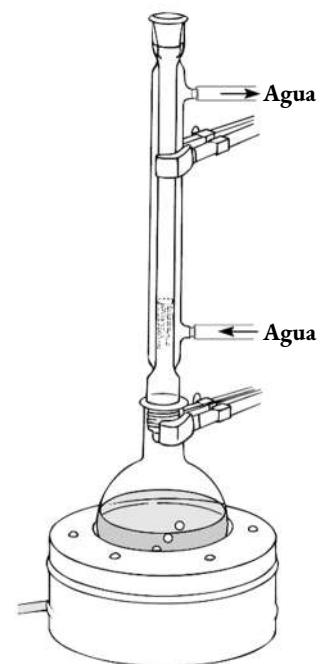
- Llevar a cabo un procedimiento de calentamiento a reflujo.
- Realizar una eliminación de solventes a partir de una destilación simple.
- Separar uno de los componentes de una mezcla a partir de una serie de extracciones líquido-líquido.
- Secar un líquido orgánico utilizando cloruro de calcio.
- Estimar la pureza de un líquido orgánico a partir de la medición del índice de refracción.
- Calcular el porcentaje de rendimiento del proceso estudiado.



PROCEDIMIENTO

Síntesis del salicilato de metilo

1. Colocar 20 g de ácido salicílico y 120 mL de metanol en un balón de fondo plano de 250 mL. Mezclar hasta la disolución total del ácido. En esta reacción, el metanol actúa a la vez como reactivo y como solvente.
2. Agregar una pastilla de agitación, colocar sobre una plancha calefactora con agitador y encender la agitación.
3. Poco a poco y con mucho cuidado agregar 20 mL de ácido sulfúrico concentrado al balón.
4. Ensamblar el equipo de reflujo según el diagrama adjunto.
5. Encender la entrada de agua al refrigerante y la plancha. Permitir que el líquido en el balón llegue a ebullición y mantenerlo en esas condiciones por una hora y media.
6. Luego de este tiempo apagar la plancha y dejar enfriar el sistema. Una vez frío apagar la agitación y la entrada de agua al refrigerante, y desarmar el sistema. Reservar el balón con la mezcla.



Eliminación del solvente por destilación

1. Conectar el balón a un equipo de destilación simple. Utilizar una plancha con agitador como medio de calentamiento.
2. Encender la plancha, el agitador y la entrada de agua al refrigerante. Permitir que el líquido en el balón llegue a ebullición y destilar el metanol hasta que reste la mitad del volumen inicial.
3. Apagar la plancha y dejar enfriar. Apagar la entrada de agua y el agitador y desarmar el equipo. Se debería observar la presencia de dos fases diferenciadas en el balón.

Extracción del salicilato de metilo de la mezcla.

1. Transferir el contenido del balón a un embudo de decantación.
2. Agregar 100 mL de agua destilada helada. Tapar el embudo, agitar y ventilar frecuentemente, y dejar en reposo para que se separen las dos fases. La fase orgánica, que contiene al salicilato de metilo debería ser la inferior. La fase superior es la fase acuosa, en la que deberían haberse disuelto el ácido sulfúrico y el metanol restante.
3. Decantar la fase orgánica y reservar. Descartar la fase acuosa.
4. Preparar 100 mL de una solución saturada de bicarbonato de sodio y 100 mL de una solución saturada de cloruro de sodio.
5. Devolver la fase orgánica al embudo de decantación y agregar 50 mL de la solución de bicarbonato de sodio. Agitar y ventilar frecuentemente, y dejar en reposo para que se separen las dos fases. Con este proceso se debería neutralizar cualquier resto de ácido sulfúrico, así como también el ácido salicílico que no reaccionó.
6. Decantar la fase orgánica y reservar. Descartar la fase acuosa.
7. Repetir los pasos 5 y 6 con los 50 mL restantes de solución de bicarbonato de sodio.
8. Repetir los pasos 5, 6 y 7 con dos porciones de 50 mL de la solución de cloruro de sodio. En este paso, parte del agua residual que pudiera quedar en la fase orgánica se elimina en el lavado. Luego de este paso, la fase orgánica debería contener mayoritariamente salicilato de metilo.
9. Transferir el salicilato de metilo crudo a un vaso de bohemia de tamaño acorde y agregar cloruro de calcio para secarlo. Filtrar por gravedad y reservar el filtrado. Transferir el filtrado a un vial (masado) y medir la masa de producto obtenida.
10. Medir el índice de refracción del filtrado y compararlo con el valor del índice de refracción para el salicilato de metilo puro para tener una idea de la pureza del producto obtenido.

GUÍA PARA LA DISCUSIÓN DE RESULTADOS

- 1.** A partir de la masa de ácido salicílico puesta a reaccionar inicialmente calcule cuál debería haber sido la masa obtenida de salicilato de metilo. A partir de este dato y del valor real de la masa de salicilato de metilo obtenida calcule el porcentaje de rendimiento de este proceso.
- 2.** Indique posibles causas de error (si existieran) que puedan haber provocado el valor obtenido para el porcentaje de rendimiento.
- 3.** Explique en qué se fundamenta el uso del índice de refracción para estimar la pureza de una sustancia. Compare el valor obtenido para el índice de refracción del producto obtenido con el valor teórico del índice de refracción para el salicilato de metilo. A partir de esto comente el nivel de pureza del producto obtenido.