

## CORSO DI LAUREA MAGISTRALE A CICLO UNICO IN FARMACIA

CHIMICA ORGANICA - LABORATORIO  
Esercitazione n° 5

### Estrazione dei salicilati dalla corteccia di salice, idrolisi acida dei derivati e identificazione dell'acido salicilico mediante TLC

**Scopo dell'esperienza:** Isolare i salicilati naturali presenti nella corteccia di salice, in particolare la salicina, e convertirli mediante idrolisi acida in acido salicilico. Il composto ottenuto viene quindi estratto, purificato e identificato tramite cromatografia su strato sottile (TLC). L'esperienza introduce alle principali tecniche di laboratorio di chimica organica (riflusso, estrazione liquido-liquido, purificazione ed analisi cromatografica) e mette in evidenza il legame tra prodotti naturali e farmaci di interesse terapeutico, preparando il materiale per la successiva sintesi dell'acido acetilsalicilico.

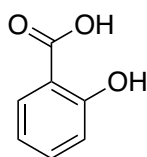
#### Teoria

La corteccia di salice è una fonte naturale di composti fenolici appartenenti alla famiglia dei salicilati. Il principale costituente è la salicina, un  $\beta$ -glucoside in cui una unità zuccherina (glucosio) è legata a un aglicone aromatico (saligenina). Tuttavia, l'acido salicilico non è presente in quantità significativa come tale, ma deriva dalla trasformazione chimica e metabolica di questi precursori.

Oltre alla salicina, nella corteccia sono presenti anche altri derivati dei salicilati, tra cui:

- esteri dell'acido salicilico
- derivati ossidati e glicosilati (es. salicortina, tremulacina)

Gli esteri salicilici presenti vengono direttamente idrolizzati in condizioni acide, contribuendo ulteriormente alla formazione dell'acido salicilico libero.



acido salicilico

L'acido salicilico ottenuto può quindi essere estratto in fase organica grazie alla sua moderata polarità e successivamente identificato mediante TLC. La sua presenza può essere confermata anche tramite reazione con  $\text{FeCl}_3$ , che forma complessi colorati tipici dei composti fenolici.

Questa esperienza evidenzia come un principio attivo farmacologicamente rilevante non sia necessariamente presente in forma libera nei sistemi naturali, ma derivi da una rete di trasformazioni chimiche di precursori biosintetici, sottolineando il legame tra chimica organica, prodotti naturali e chimica farmaceutica.

Materiale occorrente	
Pallone a fondo tondo da 250 ml	Capillari
Condensatore a riflusso	Carta da filtro
Piastra riscaldante	Beute e cilindri graduati
Imbuto separatore	Vaschetta cromatografica
Lastre TLC	Lampada UV

Reagenti occorrenti	
Corteccia di salice (10–15 g)	Toluene
Acido cloridrico 1 M	Dietiletere
Acetato di etile	Acido acetico glaciale
Cloruro ferrico (1% in etanolo)	Metanolo

## ESECUZIONE

### Preparazione del campione:

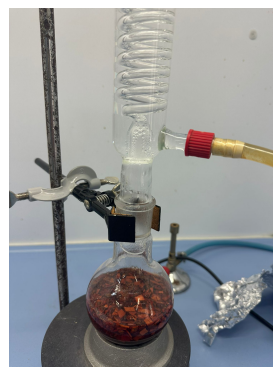
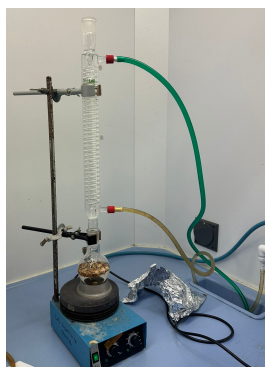
Prelevare 10–15 g di corteccia di salice e separarla accuratamente da eventuali residui di legno e foglie. Tagliare la corteccia in piccoli frammenti (circa 0.5–1 cm) per aumentare la superficie di contatto con il solvente.

Nota: una maggiore superficie facilita l'estrazione dei metaboliti presenti nella matrice vegetale.

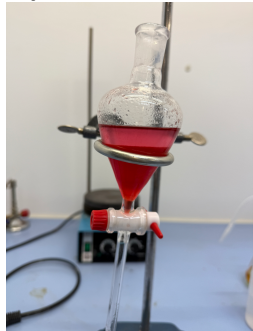
### Idrolisi acida

Trasferire la corteccia in un pallone a fondo tondo da 100 mL e aggiungere circa 50 mL di soluzione di HCl 1 M. Montare un apparato a riflusso e riscaldare la miscela per 30 minuti. Durante il riscaldamento si osserverà una colorazione rossa intensa, indicativa dell'estrazione e trasformazione dei salicilati.

Nota: l'ambiente acido favorisce l'idrolisi degli esteri (salicilati) liberando acido salicilico.



### Separazione ed estrazione:



Al termine del riflusso, lasciare raffreddare la miscela e filtrare per separare la fase solida (residuo vegetale) dalla soluzione acida. Trasferire il filtrato in un imbuto separatore ed estrarre con 20 mL di acetato di etile; ripetere l'estrazione una seconda volta. Unire le fasi organiche.

Nota: l'acetato di etile estrae selettivamente i composti organici dalla fase acquosa.

### Analisi mediante TLC:

Preparare una lastra TLC depositando con un capillare una piccola quantità di estratto e uno standard di acido salicilico. Sviluppare la lastra in una camera cromatografica contenente una miscela eluente di toluene/etere dietilico/acido acetico/metanolo (120:60:18:5).

Nota: il confronto con uno standard è fondamentale per l'identificazione qualitativa del composto.

### Visualizzazione:

Osservare la lastra sotto lampada UV per individuare le macchie. Successivamente trattare con soluzione di  $\text{FeCl}_3$  all'1%: la presenza di composti fenolici, tra cui l'acido salicilico, sarà evidenziata da colorazioni caratteristiche.

Nota: il cloruro ferrico forma complessi colorati con i gruppi fenolici.

### Risultati

Identificazione dell'acido salicilico tramite confronto del valore di  $R_f$  con lo standard. Presenza di macchie caratteristiche sotto UV e colorazione con  $\text{FeCl}_3$ .

### Norme di sicurezza

L'acido cloridrico è corrosivo: usare guanti e occhiali.

I solventi organici sono infiammabili e nocivi: lavorare sotto cappa.

Evitare contatto con pelle e occhi.

In caso di esposizione, lavare abbondantemente con acqua.

### Essiccamento dell'estratto e utilizzo successivo



L'estratto organico ottenuto deve essere concentrato mediante evaporatore rotante (rotavapor) fino a completa rimozione del solvente.

Nota: l'uso del rotavapor consente l'evaporazione del solvente a pressione ridotta, evitando la decomposizione termica del prodotto.

Il residuo ottenuto contiene acido salicilico grezzo, che verrà utilizzato nella successiva esercitazione per una reazione di acetilazione finalizzata alla sintesi dell'acido acetilsalicilico (aspirina).