OC

Aspirin-Synthese

**Sonja?: Eis sowie zwei Wasserbäder a 80°C**

Aspirin ist ein wohlbekanntes Heilmittel gegen Fieber, Erkältungen und Schmerzen. Es wird schon seit über 100 Jahren verwendet. Aspirin kann leicht durch Acetylierung von Salicylsäure mit Acetanhydrid erhalten werden.

Reaktion:



Molmassen der verschiedenen Substanzen:

Salicylsäure: Mr(C7H6O3) = 138,12 g/ mol

Essigsäureanhydrid: Mr(C4H6O3) = 102,09 g/mol 1 ml = 1.08 g

Acetylsalicylsäure: Mr(C9H8O4) = 180,16 g/mol

Vorgehen:

Teil 1: **Apparaturen im Gangschrank G**

1. In einem 300 ml Erlenmeyer mit Schliff werden 0.1 mol ( **13.8g** ) Salicylsäure vorsichtig mit 0.12mol ( **11.3 ml** ) Essigsäureanhydrid (d=1.08 g/ml) versetzt. Zu diesem Gemisch gibt man vorsichtig 3 Tropfen konentierte Schwefelsäure.
2. Nun steckt man den Rückflusskühler auf das Gefäass. Anschliessend wird im Wasserbad (80°-100°C) während 15 Minuten erhitzt. Während dieser Zeit wird das Reaktionsgemisch von Zeit zu Zeit durch schütteln gemischt
3. In der Zwischenzeit wird eine Abnutschvorrichtung aufgebaut.
4. Nach den 15 Minuten wird das Reaktionsgemisch während 5 Minuten auf dem Tisch ausgekühlt und der Erlenmeyerkolben anschliessend unter dem laufenden Wasser abgekühlt.
5. Man gebe nun langsam 80 ml kaltes demineralisiertes Wasser unter stetem Rühren zum Reaktionsprodukt, wobei das Reaktionsprodukt (Aspirin) auskristallisiert werden sollte. Falls das nicht der Fall ist, kann durch Kratzen an der Wand des Kolbens mit einem sauberen Glasstab nachgeholfen werden.
6. Das Produkt wird abgenutscht und auf der Nutsche dreimal mit kaltem demineralisiertem Wasser gewaschen. Man trocknet den Filterrückstand durch weiteres Hindurchsaugen von Luft auf der Nutsche. Die Acetylsalicylsäure (der Inhalt der Nutsche) wird in eine Petrischale transferiert und mit dem Namen der SchülerInnen versehen in der Kapelle weiter getrocknet.

Teil 2:

Reinigung resp. Umkristallistion von Aceton

* In einem hohen 250 ml Becherglas (BG) ca. 125 ml dest. Wasser zufügen und bis zum sieden erhitzen
* 60 ml Aceton in ein 50 ml BG geben ('das geht!)
* BG mit Aceton in das heisse Wasser stellen (evtl. Bunsenbrenner abstellen, Aceton brennt wunderbar) Aceton kondensiert relativ rasch an BG-Wand
* Zu einem BG mit Aspirin (vorher eventuell mörsern) das heisse Aceton geben: sollte klare Lösung geben kann dauern, evtl. bissle Aceton zugeben
* In ein BG mit ca. 125 ml kaltem dest. Wasser nun die Aceton-Aspirin-Lösung beifügen, das ganze mit Eis von aussen kühlen. Aspirin kristallisiert relativ rasch aus.
* Abnutschen und danach Masse resp. Ausbeute des gereinigten Aspirins bestimmen und berechnen.

Vorsicht: Aceton ist brennbar. Zum Erwärmen muss ein Wasserbad verwendet werden. Bunsenbrenner abstellen.

Das Rohaspirin wird in möglichst wenig heissem Aceton (Sdp: 56°C) gelöst. Die heisse Lösung wird durch einen Papierfilter filtriert. Beim langsamen Abkühlen (erst auf Raumtemperatur, dann im Eisbad) kristallisiert das reine Aspirin aus. Es wird abgenutscht, mit wenig eiskaltem Aceton gewaschen und am Vakuum getrocknet.

**Wiegen und Ausbeute berechnen.**

**Eisenchloridprobe zum Aufzeigen der Reinheit des Aspirins**

Eisen(III)-chlorid ist ein relativ spezifisches Reagens für Phenole (= Hydroxybenzole). Bei dieser Probe wird das Phenol durch Blaufärbung identifiziert.

Währenddem Salicylsäure ein Phenol ist, zählt man Acetylsalicylsäure nicht zu diesen Verbindungen. Testet man nun eine Probe Acetylsalicylsäure mit Eisen(III)-chlorid, so sollte bei hoher Reinheit der Test negativ verlaufen. Als Kontrolle wird derselbe Versuch mit reiner Salicylsäure und reinem Aspirin durchgeführt.

1) Man gebe eine kleine Spatelspitze der zu prüfenden Substanz in ein Reagenzglas und fülle dieses zu einem Viertel mit demineralisiertem Wasser auf.

2) Die Probe wird mit einem Tropfen Eisen(III)-chlorid-Lösung versetzt. Eine Blaufärbung zeigt das Vorhandensein eines Phenols an.

3) Man wiederhole die beiden Schritte mit Salicylsäure und käuflichem Aspirin.

*Beobachtung:*

*Beschreibe die Reinheit des selber synthetisierten Aspirins im Vergleich mit dem käuflichen Aspirin:*

**C. Zersetzung des Aspirins**

Schon nach der Einnahme von Aspirins zersetzt sich ein Teil dieser Substanz zu Salicylsäure, was zu einer Verstärkung der Nebenwirkungen führt. Im folgenden kleinen Experiment wird mit Hilfe der Eisenchlorid-Probe die Stabilität von Aspirin in der Hitze untersucht.

1) Eine kleine Spatelspitze des noch feuchten Aspirins wird in einem Reagenzglas zu 3 ml Wasser gegeben und auf der Gasbrennerflamme zum Sieden gebracht.

2) Man lässt die Probe etwas abkühlen und gibt dann einen Tropfen Eisen(III)-chlorid-Lösung hinzu.

*Beschreibe die Reinheit des selber erhitzten Aspirins im Vergleich zum nicht erhitzten*

*Aspirin:*

In einem 300 ml Erlenmeyer mit Schliff werden 0.1 mol ( **13.8g?** ) Salicylsäure vorsichtig mit Während dieser Zeit wird das Reaktionsgemisch von Zeit zu Zeit durch schütteln gemischt. Nach dem Abkühlen wird die gebildete weisse Kruste (Rohprodukt) mit einem dicken Glasstab zerstossen. Das weisse, stark nach Essigsäure riechende Rohprodukt wird unter Vakuum abgesaugt und mehrmals mit Eiswasser gewaschen, bis kein Essigsäuregeruch mehr feststellbar ist. **Auf Plastikschälchen, ohne Eiswürfel**

Mechanismus, from http://de.wikipedia.org/w/index.php?title=Acetylsalicyls%C3%A4ure&oldid=57888043

