

Herstellung von Acetylsalicylsäure HAS (I)

Verfahren I:

In einen 100-ml-Erlenmeyerkolben werden **10 g Salicylsäure***, **10 ml Essigsäureanhydrid*** und **2 Tropfen konzentrierte Schwefelsäure*** gegeben. Das Gemisch wird auf dem Magnetrührer unter Umrühren im Wasserbad **ca. 15 min** auf **60 °C** erwärmt. Dann erhöht man die Temperatur für **ca. 5 min** auf **80-90 °C**. Anschließend wird das Reaktionsgemisch in **Eiswasser** gestellt. Die dabei auskristallisierende HAS wird mit einer Nutsche abgesaugt und einige Male mit Eiswasser gewaschen. Das Rohprodukt kann aus Wasser auskristallisiert werden.

Quelle: M. Tausch, M.v.Wachtendonk: Chemie SII, Buchner-Verlag, S.290

Verfahren II:

In einen 100-ml-Erlenmeyerkolben (EM) werden **5 g Salicylsäure*** und **10 ml Essigsäureanhydrid*** gegeben. Der Kolben wird ca. eine Minute geschüttelt. Danach werden nochmals **10 ml Essigsäure*** und **3 Tropfen konzentrierter Schwefelsäure*** dazugegeben. Das Gemisch wird so lange geschüttelt, bis die Lösung klar erscheint. Dann wird es in ein Becherglas mit **100 ml Wasser** gegeben und dieses in ein Eisbad gestellt. Wenn das Reaktionsprodukt völlig auskristallisiert ist, wird es über eine Nutsche abgesaugt und dreimal mit Wasser gewaschen. Das Reaktionsprodukt wird möglichst gut trocken gesaugt.

Quelle: H. Wambach: Materialienhandbuch Kursunterricht Chemie, Bd. 2, Organische Chemie, S. 320, Aulis-Verlag

Verfahren III:

Im EM werden **5 g Salicylsäure*** mit **7 ml Essigsäureanhydrid*** vermischt und vorsichtig **2 Tropfen konzentrierter Schwefelsäure*** dazugegeben. Nach Abklingen der Reaktion wird das Gemisch **15 min** im Wasserbad auf **80 °C** erhitzt. Während des Erhitzens wird gerührt. Nach dem Abkühlen wird das Gemisch in **20 ml Eiswasser** gegeben. Das ausgefallene Reaktionsprodukt wird mit dem Saugtrichter abgenutscht und mit **2 ml Eiswasser** gewaschen. Das Reaktionsprodukt wird in wenig heißem Wasser gelöst und durch Abkühlen wieder auskristallisiert. Nach Filtration mit der Nutsche wird mit wenig Eiswasser gewaschen und anschließend bei **90-100 °C getrocknet**. Das getrocknete Produkt wird gewogen.

Quelle: H. Wambach: Materialienhandbuch Kursunterricht Chemie, Bd. 9, Leben mit Chemie, S. 149, Aulis-Verlag

Verfahren IV:

In einem 100-ml-EM werden **6 g Salicylsäure***, **6 ml Essigsäureanhydrid** und **3 Tropfen konz. Schwefelsäure** vermischt und für **15 min** in einem Wasserbad von **60 °C** zur Reaktion gebracht. Nicht überhitzen - **Temperaturkontrolle!** Nach der Reaktion wird das Gemisch abgekühlt und **60 ml Wasser** dazugegeben. Anschließend wird abgenutscht. Dieses Roh-Aspirin wird zur Hälfte aufbewahrt. Die andere Hälfte gibt man in den EM zurück und gibt **15 ml Ethanol** und **40 ml Wasser** dazu. Im Wasserbad wird das Gemisch auf **70 °C** erhitzt, bis sich das Roh-Aspirin vollständig gelöst hat. Anschließend kühlt man die Lösung im Eisbad ab, bis sich Kristalle abscheiden (Umkristallisation). Die ausgefallenen Kristalle werden wieder in einem sauberen Trichter abgenutscht. Das gereinigte Aspirin wird getrocknet und aufbewahrt.

Quelle: www.swisseduc.ch/chemie/labor/aspirin

Dünnschichtchromatographische Untersuchung der HAS:

Von **Salicylsäure**, **Aspirin (ASS)** aus der Apotheke und aus dem Versuch hergestelltes **HAS** werden jeweils **2%-ige Lösungen** hergestellt. Die Lösungen werden mit einer Kapillare auf eine DC-Kieselgel-Folie mit UV-Indikator aufgetragen. Die Folie wird in eine Trennkammer gestellt, mit einem Fließmittel aus **10 ml Aceton***, **10 ml Cyclohexan*** und **8 Tropfen aqua dest.** Nach **ca. 15 min** wird das Chromatogramm entnommen und getrocknet. Danach wird es unter UV-Licht betrachtet. Die im UV-Licht sichtbaren Punkte werden umrandet. Danach wird die Folie mit einer Lösung aus **Eisen(III)-chlorid*** (0,5 g in 10 ml aqua dest. und 20 ml Ethanol) besprüht.

