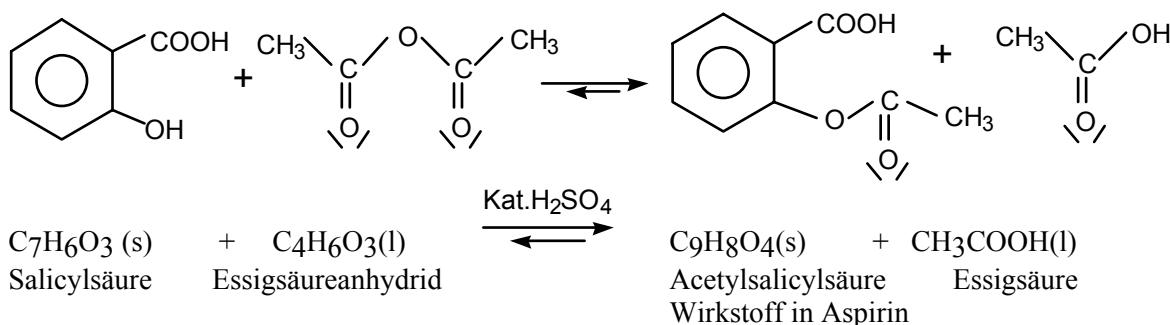


LABOR ASPIRINSYNTHESE

1. Synthese (Schutzbrille tragen)

In einem 100 mL EM werden 6g Salicylsäure, 6 mL Essigsäureanhydrid und drei Tropfen konzentrierte Schwefelsäure vermischt und während 15 Minuten in einem Wasserbad bei 60 °C zur Reaktion gebracht. Nicht überhitzen. Die Temperatur wird mit einem Thermometer kontrolliert. Man rührt gelegentlich mit einem Glasstab um (Vorsicht: Gefässboden nicht durchstossen).

Es läuft die folgende Reaktion ab:



2. Reinigung

Nach der Reaktion kühlt man das Gemisch ab und gibt 60 mL Wasser dazu. Gut umrühren. Anschliessend wird das Rohprodukt abgenutscht. Es ist Rohaspirin. Man entnimmt zwei Löffel, und bewahrt diese Probe in einem Uhrglas auf.

Zur weiteren Reinigung gibt man das restliche Rohaspirin in den EM zurück und gibt 15 mL Ethanol und 40 mL Wasser dazu. Man erwärmt das Gemisch im Wasserbad auf 70 °C. Rührt immer wieder um, bis sich das Rohaspirin vollständig gelöst hat. Anschliessend kühlt man die Lösung im Eisbad ab bis sich Kristalle abscheiden (Umkristallisation). Die ausgefallenen Kristalle werden mit einer sauberen Nutsche abgenutscht. Den Saugflascheninhalt vorher in den Abguss leeren und die Nutsche reinigen (Filterpapier in den Kehricht). Das gereinigte Aspirin wird aufbewahrt.

3. Reinheitskontrollen

Man kontrolliert die Reinheit von unserem Rohaspirin RA und dem gereinigten Aspirin GA, indem man diese Proben mit "Bayer-Aspirin" BA und der Verunreinigung Salicylsäure SA vergleicht.

Die Beobachtungen sind zu protokollieren und zu interpretieren.

- durch Farbreaktion

In je ein RG wird ein Spatel Rohaspirin, gereinigtes Aspirin, "Bayer-Aspirin" und Salicylsäure eingefüllt. RG beschriften. Eine volle Tropfpipette FeCl_3 -Lösung wird in jedes RG gegeben. Zuerst nicht schütteln.

Beobachten und interpretieren.

FeCl_3 -Lösung ist ein Nachweisreagens für Salicylsäure (tiefblaue Verfärbung).

Jedes RG wird zur Hälfte mit Wasser verdünnt. Nochmals beobachten.

- durch Dünnschichtchromatographie DC

Es wird ein DC-Plättchen für 4 Substanzen (S, BA, RA, GA) vorbereitet. Skizze Wandtafel.

Zum Auftragen müssen die 4 Substanzen gelöst werden. In je einem RG mit 1cm Methanol wird ein kleinste Spatelspitze Substanz gelöst und mit dem Schüttelgerät vermischt.

Salicylsäure S und "Bayer-Aspirin" BA sind schon vorbereitet.

Jede Substanz wird mit einer Kapillare 4 mal aufgetragen (zwischenzeitlich trocknen lassen). Die Punkte dürfen nicht ineinander laufen.

Laufmittel: Gemisch aus 100 mL Dichlorethan und 1 mL Essigsäure (ist schon gemischt).

Die fertigen Plättchen werden unter der UV-Lampe betrachtet und ausgewertet.

- durch Schmelzpunktkontrolle

Ein Schmelzpunktröhrchen mit wenig gereinigtem Aspirin füllen. Das Messgerät wird erklärt.

Schmelzpunkte: Acetylsalicylsäure ("Bayer-Aspirin"): 135 °C, Salicylsäure: 159 °C.

4. Entsorgung; Aufräumen

Das DC-Laufmittel zurückgiessen. Rohaspirin und gereinigtes Aspirin ins Sammelgefäss geben. Der Inhalt der Saugflasche und der RGs kann in den Abguss geleert werden. Kapillaren gehören in den Kehricht. Alles Material gut reinigen, Schriften entfernen, mit dest. Wasser spülen und trocknen.

5. Aufgaben

1. Bestimmen Sie die funktionellen Gruppen im Salicylsäure- und Acetylsalicylsäuremolekül.
2. Erklären Sie die Reinigungsschritte.
3. Erklären Sie die Reinheitskontrollen.
4. Was bewirkt die konzentrierte Schwefelsäure?
5. Schreiben Sie die chemische Zusammensetzung von Schmerzmitteln aus ihrer Hausapotheke auf.