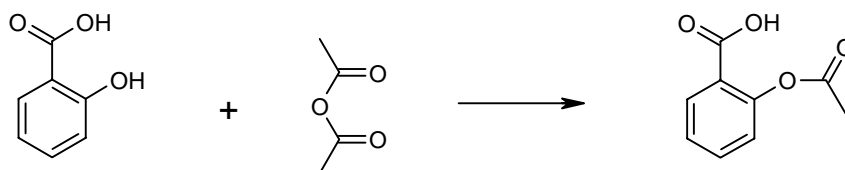


Veresterung mit Acetanhydrid: **Acetylsalicylsäure**

Microscale



Rk. in der Hitze
umkristall.
IR

Chemikalien:

Salicylsäure: 138 mg
Phosphorsäure
Natriumhydrogencarbonat

Acetanhydrid: 0.30 ml
Diethylether
Magnesiumsulfat

Alle Transfers von Flüssigkeiten erfolgen mit einer geeigneten Pipette!

Durchführung der Reaktion:

In einem 10x100 mm Reaktionsrohr werden 138 mg Salicylsäure, ein Siedesteinchen und ein kleiner Tropfen 85%ige Phosphorsäure gefüllt. Dazu gibt man 0.30 ml Essigsäureanhydrid, mit dem die Reaktanden von der Gefäßwand gewaschen werden. Alles wird gut gemischt und dann im Wasserbad bei 90 °C 5 min erhitzt. Anschließend werden **vorsichtig** 0.2 ml Wasser zugegeben, um das überschüssige Anhydrid zu zersetzen. Wenn die Reaktion beendet ist, werden weitere 0.3 ml Wasser zugegeben und man lässt das Reaktionsrohr auf Raumtemperatur abkühlen. Wenn das Produkt nicht auskristallisiert, sollte die Lösung angeimpft oder mit einem Glasstab an der Innenwand des Reagenzglases gekratzt werden. Die Reaktionsmischung wird dann mit Eis gekühlt bis die Kristallisation vollständig ist (ca. 10 min).

Isolierung und Reinigung:

Das Lösungsmittel wird mit einer Pasteurpipette entfernt. Sollte das Produkt zu feinkristallin sein, wird über einen Hirschtrichter abfiltriert. Zum Überführen der Kristalle auf den Filter kann etwas Eiswasser verwendet werden. Anschließend werden die Kristalle zwischen zwei Filterpapieren durch Pressen mit den Fingern getrocknet. Das Produkt sollte ausreichend an der Luft getrocknet sein, bevor die Rohausbeute und der Schmelzpunkt des Rohprodukts bestimmt wird.

Anschließend wird umkristallisiert, indem das Rohprodukt in siedendem MTBE gelöst wird. Dann gibt man die gleiche Menge Hexan zu, läßt das Gemisch ungestört in Eis stehen, bis die Kristallisation vollständig ist, trennt dann vom Lösungsmittel und trocknet die Kristalle an der Luft. Wieder wird Ausbeute und Schmelzpunkt des Reinprodukts bestimmt.

Vom Produkt wird ein **IR-Spektrum** aufgenommen:

ca. 1 mg Substanz wird in der Achat-Reibschale gut mit 100 mg trockenem KBr z.A. verrieben und dann im Presswerkzeug ein KBr-Pessling davon angefertigt. Es wird das FT-IR-Spektrometer im Raum F313 verwendet.

Literaturausbeute: nicht angegeben, 60-70 % d Theorie mag sinnvoll sein.

Lit.-Smp.: 128 - 137 °C (Zers.)