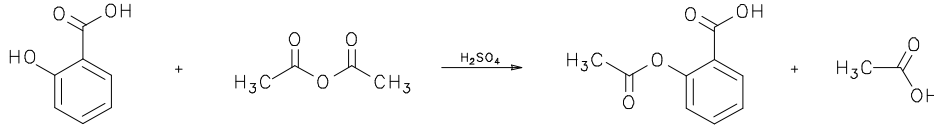


8.1.5. Acetylsalicylsäure

Acetylsalicylsäure ist eine Stufe eines Dreistufenpräparates: Anthranilsäure (11.2.) → Salicylsäure (10.1.1.) → Acetylsalicylsäure

Reaktion:



Ansatz

2,3 g Salicylsäure

5 mL Essigsäureanhydrid

Calciumchlorid, Schwefelsäure, Dioxan, Diethylether, Petrolether

Vorschrift: Unter Feuchtigkeitsausschluss und Rühren werden Salicylsäure und frisch destilliertes Essigsäureanhydrid mit 5 Tropfen konz. Schwefelsäure versetzt. Sobald die exotherme Reaktion nachläßt, wird 10 min auf 100 °C erwärmt. Nach dem Abkühlen wird das Reaktionsgemisch zur Hydrolyse des überschüssigen Acetanhydrids in 50 mL Eiswasser * gegossen. Der Ester beginnt während der Abkühlung auszufallen. Umkristallisiert wird aus Wasser oder einem Gemisch aus Dioxan und Wasser (1:1) bzw. durch Lösen des sorgfältig getrockneten Rohprodukts in Diethylether (pro 1,0 g 10 mL) und Zugabe gleicher Mengen Petrolether; nach ungefähr 1-stündigem Stehen im Eisbad wird abfiltriert und der Niederschlag mit wenig Petrolether gewaschen.

Bemerkungen:

- (1)* Wenn nach dem Eingießen der Reaktionslösung in das Eiswasser kein Niederschlag ausfällt, muss unter Rühren erwärmt und anschließend wieder abgekühlt werden.
- (2) Testen Sie die Reinheit des Produktes mit der Eisen(III)chlorid-Reaktion geprüft. Dazu wird eine kleine Spatelspitze des Produktes in Ethanol gelöst und mit 2 Tropfen einer 1%igen wässrigen Eisen(III)chloridlösung versetzt. Eine blau bis violette Lösung zeigt noch vorhandenes Edukt an. Ihr Ergebnis soll im Laborjournal eingetragen werden!
- (3) Vom Produkt ist ein NMR anzufertigen!

Mechanismus: Veresterung mit einem Carbonsäureanhydrid unter Zusatz von Katalysatorsäure

Produkt: Acetylsalicylsäure: Schmp.: 136 °C

Literatur:

[1] Autorenkollektiv, *Organikum*, VEB Deutscher Verlag der Wissenschaften der DDR, **1999**, 20. Auflage, 442-443

[2] Th. Eicher, L.F. Tietze, *Organisch-chemisches Grundpraktikum*, Verlag Thieme 1.Auflage, **1993**, 189 -191

Gefährdung: Acetylsalicylsäure und Salicylsäure sind gesundheitsschädlich (Xn), Kontakt mit dem menschlichen Körper und Einatmen der Dämpfe vermeiden. Schwefelsäure und Essigsäureanhydrid wirken ätzend (C), Dämpfe nicht einatmen und Berührung mit Haut, Augen und Kleidung vermeiden. Diethylether ist hochentzündlich (F+), Petrolether ist leichtentzündlich (F), beide von offenen Flammen, Wärmequellen und Funken fernhalten.

Notfallregelung/ Abschaltanweisung:

Heizbad entfernen, Stecker ziehen, evtl. Notausschalter bedienen, abkühlen lassen

Abzug schließen, bei Kontakt mit der Säure mit viel Wasser spülen

Entsorgung: Reaktionslösung in Sammelbehälter für anorganische Säuren. Diethylether sowie Petrolether in Sammelbehälter für halogenfreie, organische Lösungsmittel.

Betriebsanweisung

1. Umgang mit gefährlichen Stoffen

Substanz	Molmasse g/mol	Schmelzpunkt °C	Siedepunkt °C	Gefahrstoffsymbol	H-Sätze	P-Sätze
Salicylsäure	138,12	158-160	211	Xn	H302, H318	P264, P280, P301+P312, P305+P351+P338, P310, P330, P501
Acetylsalicylsäure	180,16	138-140		Xn	H302, H315, H319, H335	P261, P264, P280, P301+P312, P302+P352, P304+P340, P305+P351+P338, P321, P330, P332+P313, P337+P313, P362, P403+P233, P405, P501
Essigsäureanhydrid	102,09	-73	139,5	C	H226, H302, H314, H332	P210, P233, P240, P241, P242, P243, P260, P264, P280, P301+P312, P301+P330+P331, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, P370+P378, P403+P235, P405, P501
Calciumchlorid	110,98			Xi	H319	P264, P280, P305+P351+P338, P337+P313
Schwefelsäure, 25 %				C	H314	P260, P303+P361+P353, P305+P351+P338, P310
Dioxan	88,1	11-13	101,5	F, Xn	EUH019, EUH066, H225, H319, H335, H351	P201, P202, P210, P240, P241, P242, P243, P261, P264, P280, P281, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P308+P313, P312, P337+P313, P370+P378, P403+P233, P405, P501
Diethylether	74,12		34,5	F+, Xn	EUH019, EUH066, H224, H302, H336	P210, P233, P240, P241, P242, P243, P264, P280, P301+P312, P303+P361+P353, P330, P370+P378, P403+P235, P501
Petrolether			40-60	F, Xn, N	H225, H304, H315, H336, H361f, H373, H411	P201, P202, P210, P233, P240, P241, P242, P243, P260, P264, P273, P280, P281, P301+P310, P302+P352, P303+P361+P353, P308+P313, P321, P331, P332+P313, P370+P378, P391, P403+P235, P405, P501

2. Schutzmaßnahmen sowie Anweisungen zur Ersten Hilfe und Verhaltensregeln bei kleinen Unfällen

Substanz	Schutzmaßnahmen allgemein	Schutzmaßnahmen Körper	Anweisungen zur ersten Hilfe Haut	Anweisungen zur ersten Hilfe Augen	Anweisungen zur ersten Hilfe Inhalation	Anweisungen zur ersten Hilfe Verschlucken	Störverhalten bei kleinen Unfällen
Acetylsalicylsäure	DT	BK	WK	W	L	WEA	WSchP
Salicylsäure	DT	BK	WK	WA	L	WEAF	WSchP
Essigsäureanhydrid	AD	BHK	WK	WA	LA	WA	P
Calciumchlorid	ADL	BHK	WA	WA	L	WEA	
Schwefelsäure, 25 %	ADL	BHK	WF	WA	LA	WA	Auf Umgebung abstimmen
Dioxan	ADL	BHK	WK	WA	L	WF	WCSchP
Diethylether	ADL	BHK	WK	WA	LB	FA	PSch
Petrolether	ADL	BHK	WK	WA	LA	A	PSch