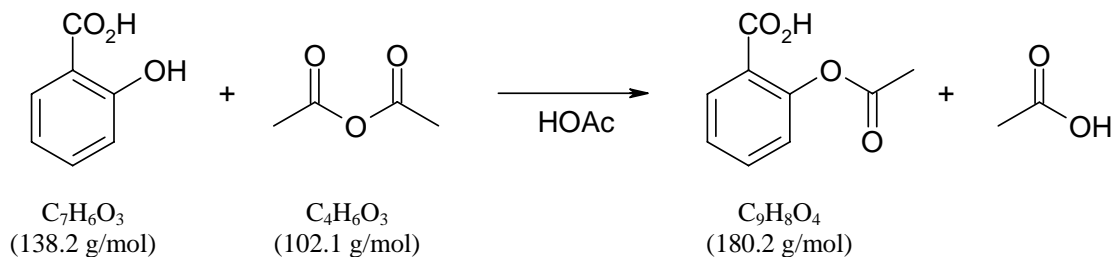


Musterpräparat: Acetylierung von Salicylsäure zu Acetylsalicylsäure (Standard-Reaktionsapparatur mit mechanischem Rührer)

Arbeitsmethoden in der Organischen Chemie, Kap. 2.2.6 und 2.3

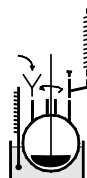


Eigenschaften und Kennzeichnung der Edukte, Reagenzien und Produkte

| | |
|--------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Salicylsäure: | Schmp. 157-160 °C; [Xn] R 22-36, S 26 |
| Acetylsalicylsäure: | Schmp. 136 °C; [Xn] R 22, S -- |
| Eisessig: (= Essigsäure 99-100 %) | Schmp. 17 °C; Sdp. 118 °C; Dampfdruck (20 °C) 16 hPa; [C] R 10-35, S: 23-26-45 |
| Essigsäureanhydrid: | Schmp. -73 °C; Sdp. 140 °C; Dampfdruck (20 °C) 4 hPa; $d=1.08$ g/ml; [C] R 10-20/22-34, S 26-36/37/39-45 |
| Ethanol | Sdp. 78 °C; Dampfdruck (20 °C) 59 hPa; [F] R 11, S 7-16 |

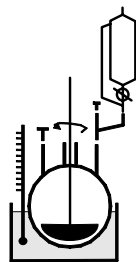
Durchführung der Reaktion

Betriebsanweisung beachten!



In einer trockenen Reaktionsapparatur aus 250 ml-Dreihalskolben mit KPG-Rührer, Anschützaufsatz, und Rückflusskühler werden mit einem Messzylinder und Trichter 17.5 ml (185 mmol) Essigsäureanhydrid und 15 ml Eisessig eingefüllt.

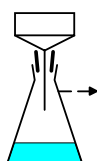
Unter Rühren wird nun bei Raumtemperatur 20.8 g (150 mmol) Salicylsäure mit einem Hornlöffel portionsweise über einen aufgesetzten Pulvertrichter eingetragen. Der Pulvertrichter wird entfernt, die Schlifföffnung mit einem Schliffstopfen verschlossen und 2 h unter Rühren im siedenden Wasserbad erhitzt; nach dieser Zeit ist die Acetylierungsreaktion beendet.



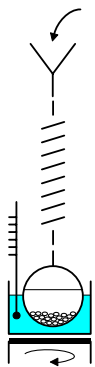
Man lässt die Apparatur abkühlen und ersetzt anschließend den Rückflusskühler durch einen Tropftrichter mit Druckausgleich. Danach werden 75 ml dest. Wasser innerhalb von etwa 10 Minuten zugetropft.

Der Reaktionskolben wird nun im Eisbad gekühlt und etwa 30 Minuten weitergerührt. Nach dieser Zeit hat sich die rohe Acetylsalicylsäure als farbloser Niederschlag abgeschieden.

Isolierung und Reinigung



Der Niederschlag wird auf einem Büchnertrichter abgesaugt und auf dem Trichter zweimal mit je 50 ml kaltem dest. Wasser nachgewaschen; das Filtrat wird verworfen ($\rightarrow \text{E}_1$). Der Rückstand wird mit einem breiten Spatel oder mit dem flachen Kopf eines Glasstößels fest auf die Filterplatte gepresst und durch längeres Durchsaugen von Luft weitgehend getrocknet. Danach wird das Rohprodukt in eine tarierte Porzellanschale überführt und nach dem Trocknen im Exsikkator über Kieselgel („Orangeöl“) die Rohausbeute (in g und %) sowie der Schmelzpunkt bestimmt.



Zur Umkristallisation wird die rohe Acetylsalicylsäure in einem 500 ml-NS-29-Rundkolben mit Magnetührstab und aufgesetztem NS-29-Rückflusskühler unter Erhitzen in wenig Ethanol (für 10 g Rohprodukt etwa 20 ml Ethanol) gelöst, danach wird vorsichtig über den Rückflusskühler heißes dest. Wasser zugegeben (für 10 g Rohprodukt etwa 40 ml Wasser). Nun wird das Heizbad entfernt und langsam abgekühlt, zur Vervollständigung der Kristallisation wird zum Schluss noch mit einem Eisbad gekühlt (etwa 15 Minuten).

Das Kristallisat wird wieder über einen Büchnertrichter abgesaugt, mit etwa 50 ml einer kalten Mischung aus Ethanol/Wasser (1:2) nachgewaschen und scharf abgepresst ($\rightarrow E_2$). Nach dem Trocknen im Vakuumexsikkator über Kieselgel („Orange-gel“) werden Ausbeute und Schmelzpunkt bestimmt.

Reinprodukt: Ausb. 19.7 g , 0.11 mol (73%), farblose Nadeln, Schmp. 136 °C.

Recycling und Entsorgung

- E₁:** Das Filtrat beim Absaugen wird in den Sammelbehälter für wässrigen, halogenfreien organischen Sonderabfall gegeben.
- E₂:** Die Mutterlauge der Umkristallisation (wässrige ethanolische Lösung) sowie übrig gebliebenes wässriges Ethanol wird in den Sammelbehälter für wässrigen, halogenfreien organischen Sonderabfall gegeben.

Das erhaltene Reinprodukt wird zusammen mit dem Protokoll dem Assistenten übergeben.

Protokollführung: Zeichnen Sie den Formelkopf mit Summenformeln und Molmassen. Geben Sie den Aufbau der Apparatur und die verwendeten Chemikalien (mit Mengenangaben) an. Beschreiben Sie die Durchführung des Versuchs mit allen Arbeitsschritten, Zeit- und Temperaturangaben sowie allen Beobachtungen. Protokollieren Sie die erhaltene Menge an Rohprodukt zusammen mit dem Schmelzpunkt. Geben Sie auch die Art und Weise der Trocknung (Trockenmittel, Dauer) an. Protokollieren Sie die Reinigung des Rohprodukts: Menge an eingesetzter Substanz, benötigtes Lösungsmittel, Isolierung und Trocknung des Kristallisats. Erstellen Sie eine Massenbilanz. Geben Sie abschließend die Ausbeute an Reinprodukt in g, mol und % der Theorie sowie die physikalischen Daten des Produkts (Schmp., Aussehen) an. Vergleichen Sie die Daten mit den Literaturangaben (= Vorschrift)

Hinweise:

Bei diesem Präparat wird mit einem "KPG-Rührer" (kernegezogenes Präzisions-Glasgerät) gearbeitet (siehe *Arbeitsmethoden in der Organischen Chemie*, Kap. 2.2.6) Gegenüber einem Magnetrührer besitzt der KPG-Rührer eine deutlich höhere Durchzugskraft. Daraus ergeben sich folgende Einsatzgebiete:

- Intensive Durchmischung bei Mehrphasensystemen
- Durchmischung von schwer rührbaren Mischungen (unlösliche Feststoffe in Suspension)
- Notwendigkeit eines intensiven Wärmeaustausches (z.B. exotherme Reaktionen)
- Durchmischen großer Reaktionsvolumina.

Ein KPG-Rührer besteht aus einem Glasrohr, das im Mittelteil einen etwa 10–20 cm langen, genormten Präzisions-Zylinderschliff besitzt und drehbar in einer dazu exakt passend geschliffenen Hülse (Schaft) sitzt. Die Rührhülse besitzt im allgemeinen einen NS 29-Kern-Schliff und kann somit einfach auf den zentralen Schliff eines Kolbens aufgesetzt werden.

KPG-Rührer können mit verschiedenen Rührblättern ausgestattet sein, in der Regel werden heute auswechselbare Teflon- oder Porzellanrührblätter eingesetzt.

Der Antrieb erfolgt durch einen Motor, dessen Antriebswelle über eine flexible Kupplung (im einfachsten Fall ein Stück dickwandiger Gummischlauch) mit dem oberen Ende der KPG-Rührwelle verbunden wird. Der Gummischlauch wird durch Schlauchschellen gegen „Durchrutschen“ gesichert.

Rührer und Rührmotor müssen unbedingt in Achse liegen, um das „Ausschlagen“ des Rührers und der Hülse zu vermeiden. Durch Vibrationen kann sich die Rührhülse während des Versuchs lockern und muss deshalb fest geklammert werden.

Sehr wichtig ist auch die richtige Schmierung des Kernschliffes: Am besten eignen sich dazu spezielle Fette (z.B. „Stirr-Öl“). Auf keinen Fall geeignet ist „normales“ Schliff fett, Exsikkatorfett oder Glycerin!

Lassen Sie Ihre Apparatur vor der Inbetriebnahme von Ihrem Assistenten überprüfen!

Der Anschützaufsatz in der oben genannten Reaktionsapparatur kann auch entfallen wenn der Rückflusskühler und Tropftrichter auf den seitlichen Schliff aufgesetzt und geklammert werden können, ohne dass der Rührmotor stört.