

1. Synthese: Aspirin

Acetylsalicylsäure

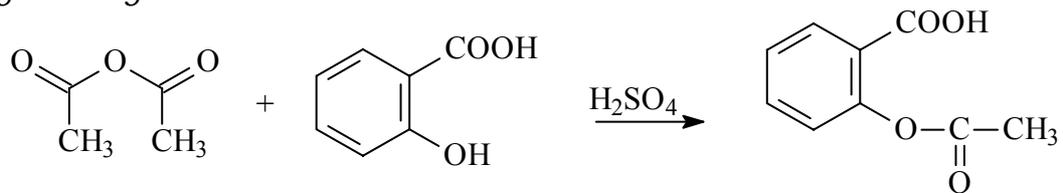
1. Reaktionsgleichung und Berechnung¹

Ausgangssubstanz: Salicylsäure
 darzustell. Produktmenge: 10 g
 Literatur-Ausbeute: 85 %

$$\frac{x}{1 \text{ mol}} = \frac{10 \text{ g}}{180 \text{ g}} \quad x = 0,056 \text{ mol}$$

$$\frac{0,056 \text{ mol}}{85\%} = 0,065 \text{ mol}$$

Reaktionsgleichung



Molmasse:	102,1 $\frac{\text{g}}{\text{mol}}$	138,1 $\frac{\text{g}}{\text{mol}}$		180,2 $\frac{\text{g}}{\text{mol}}$
Lit.-Mengen:	1,2 mol	1 mol		1 mol
Ansatz:	0,078 mol 8 g 7,41 ml (1,08 $\frac{\text{g}}{\text{ml}}$)	0,065 mol 8,98 g	3 Tropfen	0,065 mol

2. Durchführung¹

In einem 500 ml Dreihalskolben wurden 7,4 ml Acetanhydrid und 9 g Salicylsäure mit drei Tropfen konz. Schwefelsäure unter Rühren zur Reaktion gebracht und 2 Stunden bei einer Ölbadtemperatur von 105 °C unter Rückfluß erhitzt. Es entstand eine klare Lösung, die nach abkühlen auf Raumtemperatur in 40 ml Eiswasser gegeben wurde. Dabei fiel ein weißer Feststoff aus. Es wurde zur vollständigen Kristallisation einige Zeit in den Kühlschrank gestellt und anschließend abgesaugt.

Die Reinigung erfolgte durch Umkristallisation aus 20 ml Dioxan und 20 ml Wasser (1:1).

3.Charakterisierung:

Schmelzpunkt: 132 °C (Lit.: 135 °C)¹

Ausbeute: 3,32 g (33,2 %) (Lit.: 85 %) ¹

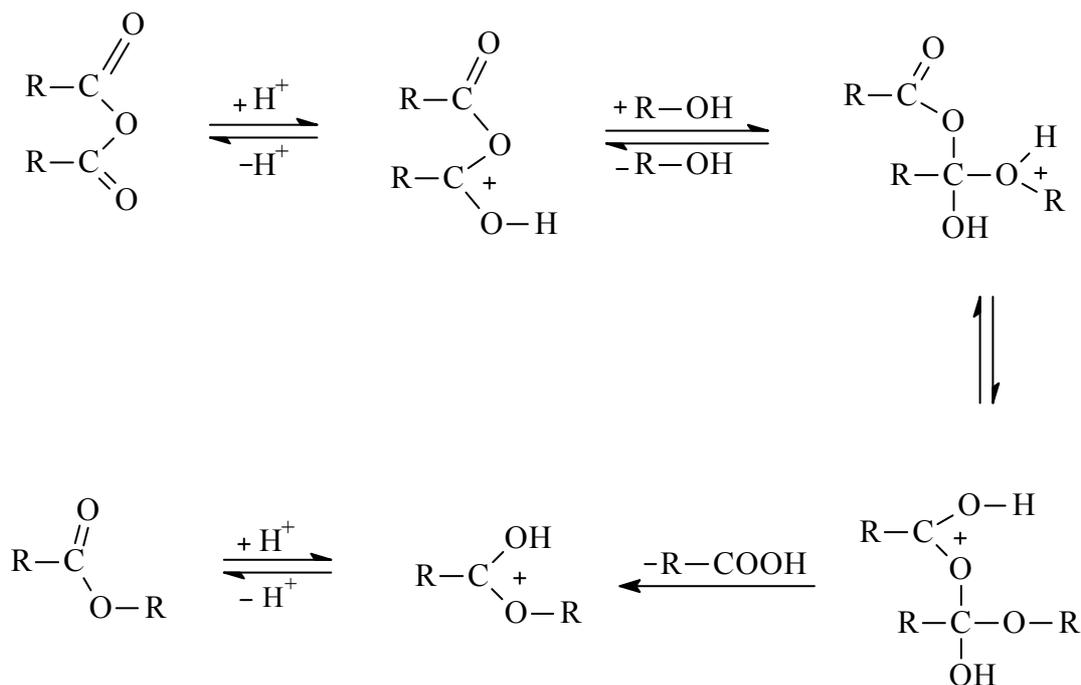
IR-Spektrum: Feststoff in KBr

Wellenzahl cm ⁻¹	Schwingungstyp	Verbindungsart
3100-2800 2700-2650 2580, 2540	OH-Valenz CH ₃ -Valenz	Säuren Kohlenwasserstoffreste
1740	C=O-Valenz	Carbonsäurephenylester
1665	C=C-Valenz	aromatisch
1595, 1480	Ringschwingung	Aromaten
1450, 1400, 1360	CH ₃ -Deformation	Kohlenwasserstoffreste
1300, 1180, 1100, 1040, 1010	C-O-C-Valenz	Ester
760, 710	=C-H-Deformation	1,2-disubstituierte Benzene

4.Mechanismus⁴

Diese Reaktion folgt dem Mechanismus einer Acylierung mit Acetanhydrid. Das Acetanhydrid wird vorab protoniert und spaltet sich in Essigsäure und das Acyl-Kation:

Dieses gebildete Acyl-Kation reagiert dann in einer elektrophilen Reaktion mit dem O-Atom der OH-Gruppe der Salicylsäure und schließlich unter Abgabe eines Protons zur Acetylsalicylsäure:



Literaturverzeichnis

- 1) Organikum; Wiley-VCH; 18. Auflage; Weinheim 1990; S. 405 f
- 2) Sadtler Research Laboratories Inc.; IR-Spektren; Blatt 32501 K; 1974
- 3) CDRömpf Chemie Lexikon; 9. Auflage; Thieme Verlag; Stuttgart 1995
- 4) Tietze/Eicher: Reaktionen und Synthesen im org.-chem. Praktikum