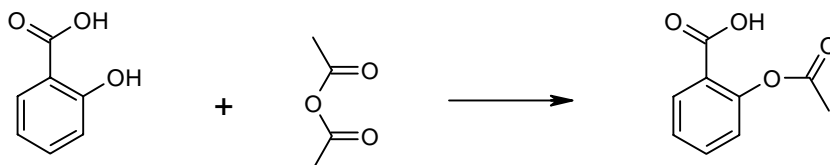


## Veresterung mit Acetanhydrid: **Acetylsalicylsäure**

*Macroscale*



Rk. in der Hitze
umkristall.
IR

### **Chemikalien:**

#### **Durchführung der Reaktion:**

In vier Reagenzglasern werden jeweils 1 g Salicylsäure und - jeweils zum Start der Reaktion - 2 ml Essigsäureanhydrid gegeben. In das erste Reagenzglas werden zusätzlich 0.2 g wasserfreies Natriumacetat gegeben. Notieren Sie die Zeit für den Start der Reaktion. Die Mischung wird gerührt. Notieren Sie die Zeit bei der sich die Reaktionsmischung um 4 °C erwärmt hat. Zu dem zweiten Reagenzglas werden 5 Tropfen Pyridin zugegeben und anschließend wie oben verfahren. In das dritte Reagenzglas werden 5 Tropfen Bortrifluorid-Etherat und in das vierte 5 Tropfen konzentrierte Schwefelsäure gegeben. Messen Sie auch hier die Zeit wie zuvor.

- Wie sieht die Aktivitätsreihenfolge der vier Katalysatoren aus?

Alle Reagenzgläser werden 5 Minuten in heißes Wasser gestellt, bis aller Feststoff gelöst ist und die Reaktionen beendet sind..

#### **Isolierung und Reinigung:**

Dann werden alle vier Lösungen zusammen in einen 125 ml-Erlenmeyer-Kolben mit 50 ml Wasser gegeben und die Reagenzgläser mit Wasser ausgespült. Um das überschüssige Anhydrid zu vernichten, sollte der Kolben gut geschwenkt werden. Anschließend wird die Reaktionsmischung mit Eis gekühlt und durch Kratzen an der Kolbeninnenwand mit einem Glasstab die Kristallisation eingeleitet. Das Rohprodukt wird abgesaugt und nach dem Trocknen durch Luftdurchsaugen der Rohschmelzpunkt bestimmt.

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.

Um die Ergebnisse zu interpretieren, überlegen Sie sich den Mechanismus der Acetylierung von Salicylsäure. Beachten Sie, daß während der Reaktion Essigsäure eliminiert wird. Welchen Effekt würde Natriumacetat haben? Wie würde Bortrifluorid-Etherat oder Schwefelsäure den nucleophilen Angriff des Phenolsauerstoffs am Essigsäureanhydrid beeinflussen? Womit könnte die Base Pyridin reagieren?

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: ca. 3 - 3.5 g

Lit.-Smp.: 134 - 136 °C (Zers.)