

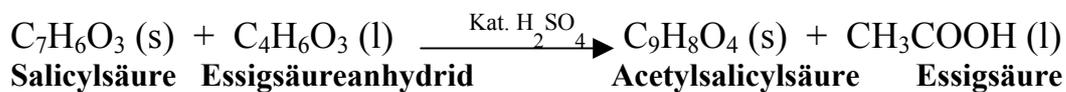
## Kapitel 8: Chemische Synthesen

Viele Zivilisationsgüter wie Seifen, Farben, Treibstoffe, Lebensmittelstabilisierungsmittel, Pestizide, Medikamente und Geruchstoffe werden durch chemische Reaktionen hergestellt.

Im Folgenden werden 2 unterschiedliche Typen chemischer Reaktionen durchgeführt:

- Nucleophile Substitution
- Spaltung von Molekülen (Verseifung)

### 1. Experiment: Synthese von Aspirin



Aspirin (Acetylsalicylsäure) kann durch Acetylierung von Salicylsäure mit Acetanhydrid (dem Anhydrid der Essigsäure) hergestellt werden.

Der Reaktionstyp ist eine nucleophile Substitution an einem Carbonsäurederivat: Das Nucleophil ist hier die phenolische Hydroxylgruppe der Salicylsäure, das Carbonsäurederivat ist das Acetanhydrid.

#### Vorgehen:

In einem 100 ml Rundkolben mit Rückflusskühler werden eingewogen:

- 13.8 g (0.10 mol) Salicylsäure
- 11.5 ml (0.12 mol) Essigsäureanhydrid (ätzend! in der Kapelle arbeiten)
- 3 Tropfen konzentrierte Schwefelsäure

Nun wird auf dem Heizbad unter Rühren mit dem Magnetrührer während ~ 30 min. erhitzt (Badtemperatur 130-135°C). Dann wird das Reaktionsgemisch langsam und unter starkem Rühren mit in einem Glasstab in ein 250 ml Becherglas, das 50 ml Wasser enthält, gegossen. Dabei fällt das rohe Aspirin als Festkörper aus. Im Eisbad wird das Gemisch auf 0°C abgekühlt und das Rohprodukt wird abgenutscht, 3 x mit Wasser gewaschen und durch Luftdurchsaugen getrocknet.

#### Bestimme die Ausbeute an rohem Aspirin.

Das Rohprodukt wird nun durch Umkristallisation aus Aceton gereinigt werden. **VORSICHT:** Aceton ist leicht brennbar. Es muss in der Kapelle gearbeitet werden. Zum Erwärmen muss ein Heizbad und nicht der Bunsenbrenner verwendet werden.

Das Rohprodukt wird in wenig heissem Aceton (Sdp.  $56^{\circ}\text{C}$ ) (ca. 0.5 ml Aceton/g Rohprodukt) gelöst. Die heiße Lösung wird durch eine Nutsche filtriert. Beim langsamen Abkühlen (erst auf Raumtemperatur, dann im Eisbad) kristallisiert das reine Aspirin aus. Es wird abgenutscht, mit wenig eiskaltem Aceton gewaschen und am Vakuum getrocknet.

## 2. Reinheitskontrollen des Aspirins:

Man kontrolliert die Reinheit von dem Rohaspirin und dem gereinigten Aspirin, indem man diese Proben mit „Bayer- Aspirin“ und der Salicylsäure vergleicht.

Die Beobachtungen sind zu protokollieren und zu interpretieren

- durch Farbreaktion: In je ein Reagenzglas wird ein Spatel Rohaspirin, gereinigtes Aspirin, Bayer's Aspirin und Salicylsäure eingefüllt. Beschriften nicht vergessen! Eine volle Tropfpipette  $\text{FeCl}_3$ -Lösung wird in jedes RG gegeben. Zuerst nicht schütteln! Beobachten und interpretieren!  
 $\text{FeCl}_3$ -Lösung ist ein Nachweis für Salicylsäure (tiefblaue Färbung)  
 Jedes RG wird zur Hälfte mit deionisierten Wasser verdünnt-  
 nochmals beobachten!
- durch Schmelzpunktkontrolle: Ein Schmelzpunktröhrchen mit wenig gereinigtem Aspirin füllen und in die Schmelzpunktapparatur stellen. Beobachtungen notieren!  
 Schmelzpunkte: Acetylsalicylsäure :  $135^{\circ}\text{C}$   
 Salicylsäure:  $159^{\circ}\text{C}$

## 3. Fettverseifung:

Wie alle Ester, können auch Fette durch Laugen gespalten werden. Der Vorgang ist irreversibel, es entstehen Glycerin und die Salze der Fettsäuren. Diese Salze wirken als Seifen, die Reaktion nennt man daher **Verseifung**.

### Durchführung:

2 g Kaliumhydroxid (KOH) werden im Reagenzglas in 5 ml Methanol zu einer methanolischen Kalilauge gelöst und anschliessend mit 1 ml Sonnenblumenöl versetzt. Die beiden Flüssigkeiten mischen sich zunächst nicht. Man schüttelt während 5 min. leicht (**Schutzbrille!! Laugenspritzer zerstören das Auge!**), dabei scheiden sich aus der gelben Lösung Kaliumsalze der Fettsäuren ab.

Lösen sie nun wenig dieser Salze in a. deionisiertem Wasser  
 b. Leitungswasser

Verifizieren sie die Seifenwirkung. Sie sehen anschaulich die Wirkung von hartem Wasser auf die Seife. Die entstehende KALKSEIFE beeinträchtigt die Qualität des Waschvorgangs.

Was müsste man tun, um die Bildung von Kalkseife zu verhindern?-Mehrere Lösungen!