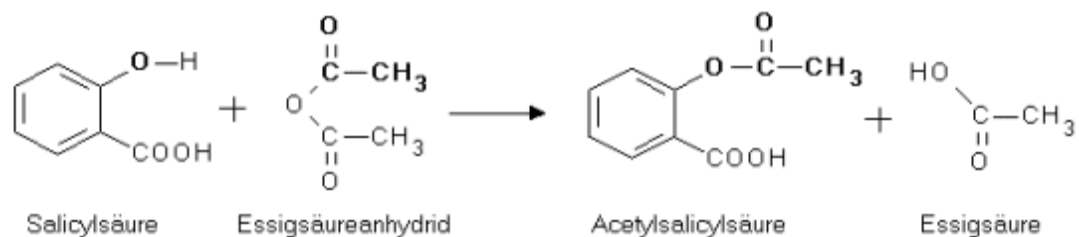


## Synthese und Umkristallisation von Acetylsalicylsäure

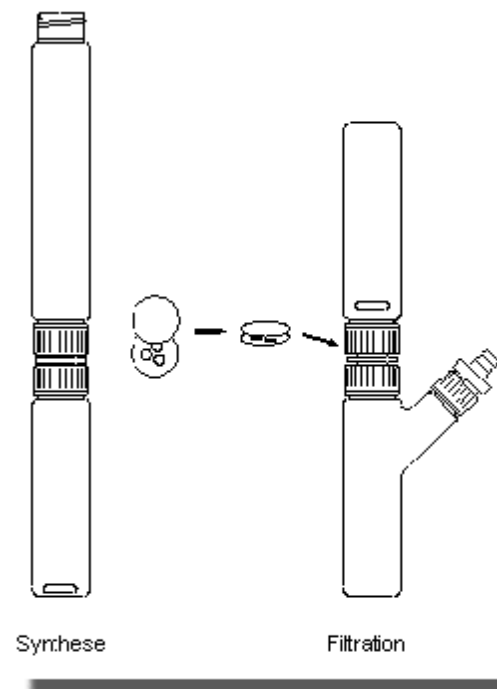


### Chemikalien:

- 1 g Salicylsäure
- 2,5 ml Essigsäureanhydrid
- 1-2 Tr. Phosphorsäure (w=85%)

### Geräte:

- 1 Reaktionsgefäß
- 1 Schraubverschluss 20mm
- 1 Gewinderohr
- 1 Reaktionsgefäß mit Seitenarm 45°
- 1 Schraubkupplung 20/20
- 1 PTFE-Filterträger
- 1 PTFE-Filtrationsmembran
- 1 Schlaucholive
- 1 Miniatur-Rührmagnet
- 1 Magnetheizrührer
- 1 Thermoblock
- 1 Digital-Thermometer (Digitemp)



### Aufbau der Apparatur und Versuchsdurchführung:

1. Salicylsäure in das **Reaktionsgefäß 24mL** geben.
2. 2,5 mL Essigsäureanhydrid und 1-2 Tropfen Phosphorsäure und einen Miniatur-Rührmagneten hinzufügen.
3. **Gewinderohr** mit Hilfe der Schraubkupplung 20/20 aufschrauben und die Apparatur im Thermoblock auf den Magnetheizrührer stellen.

4. Ansatz unter Rühren 15 Minuten erhitzen und Blocktemperatur (ca. 70-80°C) mit dem Digital-Thermometer (Digitemp) überwachen.
5. Überschüssiges Essigsäureanhydrid durch Zugabe von 1 mL Wasser durch die Öffnung des Gewinderohres zerstören und den Ansatz aus dem Thermoblock entnehmen.
6. Sobald die Entwicklung von Essigsäuredämpfen beendet ist, weitere 10 mL Wasser durch die Öffnung des Gewinderohres hinzugeben.
7. Gewinderohr abschrauben und das Reaktionsgefäß mit Schraubverschluss 20mm verschließen.
8. Ansatz unter fließendem Wasser abgekühlen und evtl. in Eiswasser einstellen, bis die Kristallisation von Acetylsalicylsäure einsetzt.

## Aufbau der Filtrationseinheit:

1. PTFE-Filterträger und Filterpapier in die Schraubkupplung 20/20 einlegen und auf das mit Flüssigkeit-Feststoff-Gemisch gefüllte Reaktionsgefäß so aufschrauben, daß das Filterpapier in Richtung der Flüssigkeit zeigt.
2. **Reaktionsgefäß mit Seitenarm 45°** anschrauben und die Schlaucholive am Seitenarm befestigen.
3. Filtrationseinheit um 180° drehen (siehe Abb.), kurz umschütteln und das Lösemittel mit Hilfe einer Wasserstrahlpumpe absaugen. Falls die Filtration stockt, Schlaucholive am Seitenarm aufdrehen, um die Apparatur zu belüften.

## Umkristallisieren von Acetylsalicylsäure:

1. Reaktionsgefäß 24mL mit Kristallinat abschrauben und das Gewinderohr ankuppeln.
2. 6 mL Wasser dest. durch Gewinderohr zugeben, Apparatur im Thermoblock auf den Magnetheizrührer stellen und unter Rühren erhitzen, Blocktemperatur (ca. 70-80°C) mit dem Digital-Thermometer (Digitemp) überwachen.
3. Nach dem Auflösen der Kristalle, Apparatur aus dem Thermoblock nehmen und Ansatz langsam abkühlen lassen.
4. Nach einiger Zeit bilden sich Kristalle, die unter Verwendung der Filtrationseinheit abgesaugt und anschließend getrocknet werden können.