

# Aspirin

**Ziel:**

Medikamente selbst herzustellen anstatt sie teuer zu kaufen. Was unsere Vorfahren konnten, können wir schon lange.

**Zum Vorwärtkommen benötigt:**

10g Salicylsäure, 10ml Essigsäureanhydrid, etwas konz. Schwefelsäure, Wasser – Eiswasser bzw. mit Kocher erhitzt, Thermometer, Erlenmeierkolben, Filterpapier, DC-Folie und Trenngefäß, 10ml Aceton, 10ml Cyclohexan, 8 Tropfen dest. Wasser, UV-Lampe,  $\text{FeCl}_3$  – Lösung in Sprühflasche, Reagenzgläser

**Weg zum Ziel:**

Salicylsäure und Essigsäureanhydrid und 2 Tropfen konz. Schwefelsäure (bei letzteren 2 Vorsicht!) in einem Erlenmeierkolben in ein  $60^\circ\text{C}$  warmes Wasserbad und 10min lang umrühren. Dann auf  $90^\circ$  erwärmen und noch einmal 10min lang rühren, wobei der gebildete Niederschlag wieder fast vollständig in Lösung gehen sollte. Anschließend in Eiswasser kühlen, dabei fällt Aspirin aus, dieses wird abfiltriert und 2\* mit wenig Eiswasser gewaschen.

**Saubereres Ergebnis:**

Eine kleine Probe wird aufgehoben, der Rest wird erneut in möglichst wenig heißem Wasser gelöst, wieder mit Eiswasser gekühlt und abfiltriert. (Vorgang der „Umkristallisation“ – Verunreinigungen sollten in Lösung bleiben.) Zum Schluss werden beide Proben auf Filterpapier abgepresst und bei Zimmertemperatur getrocknet.

**Qualitätskontrolle:**

Jeweils mit der ungereinigten Probe (1), der gefilterten Acetylsalicylsäure (2), „Bayer-Aspirin“ (3) und reiner Salicylsäure (4).

**-Dünnschichtchromatographie DC:**

Mit Kapillaren ca. 2%ige Lösungen 1cm über dem Rand punktförmig auftragen (Startlinie mit Bleistift) und trocknen lassen.

Trenngefäß mit Laufmittel aus Aceton, 10ml Cyclohexan u. 8 Tropfen dest. Wasser 5mm hoch füllen, zwecks Dampfsättigung kurz schwenken und auf der Folie ungefähr 6cm hoch steigen lassen. Diese trocknen und unter der UV-Lampe betrachten, Punkte markieren und mit  $\text{FeCl}_3$  besprühen.

Auswertung: In unserer Gruppe nicht besonders erfolgreich (zuwenig von der Probe aufgetragen??). Unter der UV-Lampe nur sehr leichte Verfärbung erkennbar, wobei nur die Probe mit der reinen Salicylsäure deutlich weniger weit zerlaufen war als die drei Aspro-Proben (diese alle in etwa gleich weit). Beim Besprühen mit  $\text{FeCl}_3$  Lösung (Nachweis Salicylsäure) war bei allen Proben eine sehr leichte rostbraune Färbung erkennbar, bei Probe 4 eine etwas stärkere.

**-Schmelzpunktbestimmung**

Mit Hilfe der Kofler-Heizbank („Spur“ des zu untersuchenden Materials auf von rechts nach links stetig heißer werdender Bank gezogen, Schmelzstelle von Skala abgelesen). Theoretischer Schmelzpunkt Aspirin 135-137°C, Salicylsäure 157°C. Je tiefer der Schmelzpunkt, desto unreiner die Probe.

Auswertung: Versuch nicht durchgeführt (Heizbank kaputt), geplant war Untersuchung der selbst hergestellten Proben.

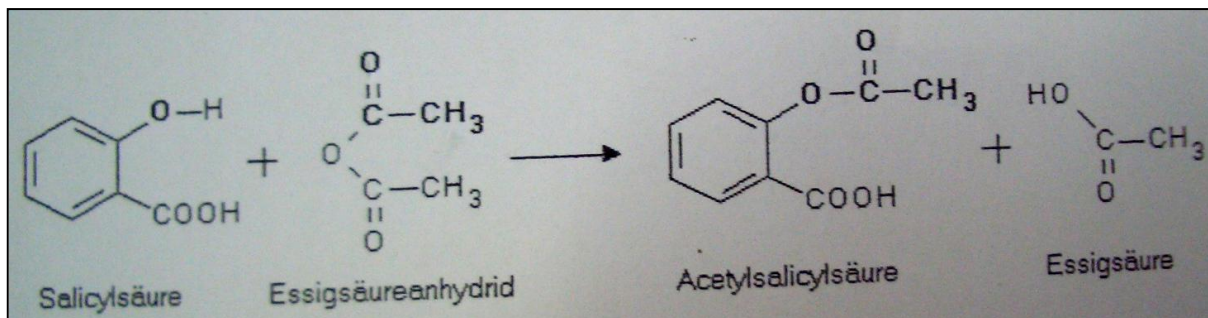
**-Farbreaktion**

Von jeder Probe einen Spatel voll in ein Reagenzglas. Mit etwas  $\text{FeCl}_3$ -Lösung schütteln. Verdünne mit Wasser.

Auswertung: In folgender Reihenfolge von dunkelviolett nach gelb: 3,1,2,4  
Bei Verdünnung mit Wasser werden die Färbungen naturgemäß heller, nur Probe 3 bleibt gleich dunkel.

**-Rückblick auf die Wanderung**

Die Auswertungen scheinen, so weit vorhanden, in ihrer relativen Abfolge zumindest für die Konzentration der Salicylsäure dem Erwarteten zu entsprechen.

**Zusatz**

$\text{HC}_9\text{H}_7\text{O}_4$  Acetylsalicylsäure (bzw. Trivialname des Medikamentes Aspirin)  
s