Logo folgt

Stand: 24.11.2026 | Quelle: DEGINTU

Kalte Synthese von Propionylsalicylsäure

DEGINTU-ID: 160366 | Nr: 627 | Institut für Chemieinformation

Schülerversuch ab Jahrgangsstufe 10

Kategorie: organische Synthese, Arbeitstechniken

Durchführung

Der Rundkolben wird im Abzug am Stativ so geklammert, dass sich Hebebühne, Magnetheizrührer und Wasserbad ohne Behinderung darunter platzieren und auch wieder entfernen lassen.

In den Rundkolben werden über den Pulvertrichter 5 g Salicylsäure /DMAP-Germisch und das Magnetrührstäbchen gegeben. Es werden Nitril-Einmalhandschuhe als Spritzschutz getragen.

Im Seitenhals wird das Thermometer platziert (mit Schliffklammer sichern).

3,9 g Propionsäureanhydrid werden nun über den Pulvertrichter eingefüllt.

Der Pulvertrichter wird entfernt (abtropfende Reste in einem Becherglas auffangen), der Rückflusskühler aufgesetzt und am Stativ geklammert (Apparatur nicht verspannen).

Es wird ein mäßiger Kühlwasserstrom eingestellt.

Der Magnetheizrührer mit dem Wasserbad wird mit der Hebebühne unter dem Kolben platziert, so dass noch wenige Millimeter Abstand zum Kolbenboden bleiben, die Mischung aber gut durchrührt werden kann.

Unter Rühren wird die Mischung nun für 15 Minuten zunächst bei Raumtemperatur gerührt, Das Reaktionsgemisch erwärmt sich durch die einsetzende Reaktion auf ca. 40°C

Das Thermometer wird entfernt und der Seitenhals mit einem Schliffstopfen (oder Gewindekappe) verschlossen.

Der Kolben wird vom Kühler entfernt, mit einem weiteren Schliffstopfen (oder Gewindekappe) verschlossen und im Eisbad platziert.

Der im Eisbad ausfallende weiße Niederschlag wird abgenutscht und dreimal mit jeweils 10 ml eisgekühltem reinen Wasser ausgespült (mit der Spritzflasche, die zuvor im Eisbad gekühlt wurde).

Den auf der Nutsche weitgehend trockengesaugten Niederschlag von Propionylsalicylsäure lässt man an der Luft vollständig trocknen (oder im Trockenschrank bei 50 °C, es müssen dann aber alle restlichen Spuren von Propionsäure oder Propionsäureanhydrid ausgewaschen worden sein).

Das Rohprodukt kann statt des letzten Schritts auch in einem Erlenmeyerkolben zur Reinigung mit 16 ml reinem Wasser und 4 ml Ethanol versetzt werden.

Der Kolben wird am Stativ in das Wasserbad gehängt und auf max. 80 °C erhitzt, dabei immer wieder umgeschwenkt, bis der Feststoff gelöst ist.

Der Kolben wird nun in dem Eisbad ruhig abkühlen gelassen. Gegen das Umfallen schützt ein aufgesetzter Beschwerungsring.

Geräte und Material

100-ml-Zweihals-Rundkolben (2 mal NS 29 oder NS 29 und Seitenhals NS 14,5 oder mit Gewindeverschraubungen)

Rückflusskühler NS 29 oder mit Gewindeverschraubung

Pulvertrichter NS 29

Einmal-Pipette

25-ml-Messzylinder

Waage (auf mind. 1 g genau)

100-ml-Erlenmeyerkolben (Weithals)

Filternutsche mit passendem Filterpapier

Schlaucholive

Magnetrührstäbchen

Magnetheizrührer mit Wasserbad

Hebebühne

Glas- oder Digital-Thermometer, passend in den Schliff des Seitenhalses des Rundkolbens (Thermometer mit Schliffkern oder passendes Gewinderohr mit Septum)

Teflondichtringe oder -hülsen, sonst Schlifffett (bevorzugt wasserlöslich)

Schale mit Eis-Eiswassergemisch (Glas, Kunststoff oder Metall, der Rundkolben muss darin gut Platz finden)

Korkring für den Rundkolben (zum Abstellen)

Beschwerungsring für den Erlenmeyerkolben (kann auch aus einem Stück Elektrokabel geformt werden)

Weiterführende Informationen zu Geräten sind in der Geräteverwaltung hinterlegt.

Gefahrstoffe

Name	Formel	CAS-Nr.	H-Sätze	P-Sätze	Piktogramme
Salicylsäure	OHC_6H_4COOH	69-72-7	H302 H318 H361d	P202 P264 P280 P301+P312 P308+P313 P305+P351+P338	GHS05, GHS07, GHS08

Propionsäure	C_2H_5COOH	79-09-4	H226 H314 H335	P210 P233 P240 P280 P303+P361+P353 P305+P351+P338	GHS02, GHS05, GHS07
Propionsäureanhydrid	$C_6H_{10}O_3$	123-62-6	H314	P280 P363 P301+P330+P331 P303+P361+P353 P304+P340+P310 P305+P351+P338	GHS05
Propionylsalicysäure	$C_{10}H_{10}O_4$	6328-44-5	H302 H315 H319 H335	P261 P305+P351+P338	GHS07
Salicylsäure/Dimethylaminopyridin (9/1)			H302 H311 H315 H318 H332 H361 H370 H412		GHS05, GHS06, GHS08

Persönliche Schutzausrüstung

- Eine **Gestellschutzbrille** ist zu tragen.
- Als Spritzschutz dienen **Nitril-Einmalhandschuhe**.

Schutzmaßnahmen

Beim Betrieb von Abzügen sind zusätzliche Lüftungsmaßnahmen für die Zufuhr von Zuluft, ohne die ein normaler Laborabzug nicht funktioniert, erforderlich. Dies müssen nicht zwingend technische Lüftungsmaßnahmen sein.

Gefahren

- durch Einatmen
- durch Hautkontakt
- durch Augenkontakt

Weitere Gefahren und Hinweise

- **Größere Leckagen:** Im Havariefall Raum unverzüglich verlassen und Feuerwehr (Telefon 112) sowie Schulleitung alarmieren, kleine Leckagen können mit Chemikalienbinder aufgenommen werden, hierbei ist geeigneter Selbstschutz erforderlich, Schülerinnen und Schüler halten sicheren Abstand.

Bruchgefahr beim Verkanten der Apparatur oder durch Herausrutschen der Kolben aus dem Eisbad. Der Kristallkuchen kann relativ hart werden, Bruch- und Verletzungsgefahr, wenn dieser mit Gewalt mit einem Spatel herausgestemmt wird. Propionsäureanhydrid reagiert heftig beim Kontakt mit Wasser, besonders bei höheren Temperaturen. Wenn das Produkt nicht ausreichend gewaschen wird, können beim Trocknen von Anhaftungen Propionsäureanhydrid- (oder Propionsäure-)dämpfe frei werden. Propionsäureanhydrid hat auch bei Raumtemperatur einen merklichen Dampfdruck und stellt bei inhalativer Exposition eine erhebliche Gefährdung dar.

Sicherheitshinweise

Der Versuch stellt relativ hohe Anforderungen an die experimentellen Fähigkeiten, diese müssen daher vorher vermittelt werden.

Die Freisetzung von Propionsäureanhydrid muss minimiert werden. Daher wird zusätzlich zum Abzug auch unter Rückflusskühlung gearbeitet. Beim Trocknen dürfen keine Rückstande mehr aus dem Produkt frei werden können.

Beim Tragen von Handschuhen ist besonderes Augenmerk auf die Hygiene zu richten, um eine Verschleppung von Kontaminationen zu vermeiden.

Vorratsgebinde werden nicht in den Unterrichtsraum gebracht.

Chemikaliengebinde werden in Tragehilfen (Eimer, Tragekästen etc.) transportiert, nicht in der Hand oder der Kitteltasche.

Die Betriebsanweisungen und einschlägigen Regelungen für die Schule sind zu beachten.

Substitution

Substitution 1

Substitution von Gefahrstoffen, Verwendungsformen und -verfahren wurde geprüft. Der Versuch ist zur Vermittlung wesentlicher Lerninhalte nicht verzichtbar und kann unter Einhaltung der in der Versuchsvorschrift genannten Einschränkungen und mit den dort genannten Schutzmaßnahmen durchgeführt werden.
Gefährliche Stoffeigenschaften oder andere Gefährdungen, die eine Durchführung durch Schüler/innen oder Lehrkräfte grundsätzlich ausschließen würden, sind nicht bekannt. Die Stoffliste DGUV Information 213-098 in degintu.dguv.de wurde berücksichtigt.

Der Ersatz von Acetanhydrid durch Propansäureanhydrid führt bei Beibehaltung des übrigen Verfahrens durch eine Reduktion des Freisetzungsverhaltens der Edukte (Säureanhydride) und Produkte (Carbonsäuren) zu einer Verringerung der Gefährdung durch die Exposition ätzender Dämpfe bei vergleichbarer GHS-CLP-Einstufung). Bei 20 °C (bei höheren Temperaturen entsprechend mehr) ist der Dampfdruck des Propionsäureanhydrids mit weniger als 2 mbar deutlich geringer als der des Essigsäureanhydrids, ebenso ist der Dampfdruck der Propionsäure deutlich geringer als der der Essigsäure (dies gilt auch für die wässrigen Waschlösungen). Wegen der gleichen Verfahren (gleiche Apparaturen, gleiche

Zeiten, gleiche Oberflächen, gleiche Temperaturen) kann daher abgeschätzt werden, dass die Exposition gegenüber Propionsäure und ihrem Anhydrid deutlich geringer ist, als dies für Propionsäure und Propionsäureanhydrid der Fall ist.

Medien und Abbildungen

NMR-Spektren (T.H. Brock et al.): 500-MHz-1H und 125-MHz-13C

Strukturformel Propionylsalicylsäure

Literatur

T. H. Brock, K. Thieme, Labor Leuna der BG RCI, nyp

Klemeyer, Horst; Leserbrief Schnell und cool: „Kalte Synthese“ des Wirkstoffs Paracetamol im Chemieunterricht (2025), https://doi.org/10.1002/ckon.202500026

Hinweis: Diese PDF-Datei ersetzt nicht die Gefährdungsbeurteilung und deren Dokumentation z.B. mit der Datenbank DEGINTU (degintu.dguv.de).