**Synthese van aspirine**

* Benodigdheden  
  *Materiaal:*  
  - Büchnertrechter  
  - Waterbad 60˚C  
  - Pasteurpipet  
  - Balans  
  - Erlenmeyer 250 mL  
  - Bekerglas 50 mL  
  - Bekerglas 250 mL  
  - Magneetroerder  
  - Handschoenen  
  - Veiligheidsbril  
  - Magneetjes  
  - Roerstaaf  
   *Stoffen:*  
  - 50 gram Salicylzuur  
  - 75 gram Ethaanzuuranhydride  
  - 25 druppels geconcentreerd zwavelzuur  
  - 150 mL Ethanol  
  - 30 mL warme Ethanol  
  - 50 mL ijs  
  - 75 mL warm water (40˚C)

**Veiligheid:**  
De proef moet in de zuurkast worden uitgevoerd, omdat er stoffen bij zitten die schadelijk zijn voor de gezondheid of bijvoorbeeld brandbaar zijn.  
De stoffen gebruikt worden zijn: Salicylzuur, ethaanzuuranhydride, zwavelzuur, ethanol. De chemiekaarten van deze stoffen zijn als bijlage bijgevoegd.

**Voorschrift Synthese van aspirine:**

1. Weeg in een erlenmeyer (250 mL) ongeveer 10 gram (droog) salicylzuur nauwkeurig af.
2. Meet 15 gram (14 mL) ethaanzuuranhydride af en voeg dit bij het salicylzuur in de erlenmeyer.
3. Doe voorzichtig (handschoenen aan!!) met behulp van een pasteurpipet 5 druppels geconcentreerd zwavelzuur toe aan het reactiemengsel in de erlenmeyer.
4. Verwarm het geheel gedurende een kwartier op een warmwaterbad van ongeveer 60 ˚C. Roer het reactiemengsel zachtjes door.
5. Voeg aan de erlenmeyer 100 ml koud water toe gemengd met 50 ml ijs. Als het goed is ontstaat er nu een neerslag. Roer 30 seconden en breng het reactiemengsel over op een trechter met afzuigerlenmeyer en filtreer.

**Voorschrift herkristallisatie van aspirine**:

De aspirine die je bij het vorige onderdeel hebt verkregen, is nog verontreinigd. we kunnen die verontreinigingen wegnemen (zuiveren) door ‘herkristallisatie’. Hierbij gebruik je een

oplosmiddel, waarin de verontreinigingen goed oplossen en de aspirine niet (slecht).

1. Los de onzuivere aspirine op in 30 mL warme ethanol (ca. 35 ˚C).
2. Doe hierbij 75 mL warm water (40 ˚C). Als nu een neerslag ontstaat, moet je verwarmen (in een warm waterbad) tot alles weer is opgelost.
3. Laat de heldere oplossing langzaam afkoelen. De aspirine zal nu neerslaan.
4. Filtreer de gezuiverde aspirine af met behulp van een trechter en afzuigerlenmeyer.
5. Droog de aspirine in de zuurkast en weeg het.

**Analyse van je eigen aspirine met dunne laagchromatografie**

Met behulp van dunne-laag chromatografie (=TLC (thin-layer chromatography) kun je de

zuiverheid van je zelfgemaakte aspirine vergelijken met de aspirine die men in de winkel

verkoopt.

1. Breng zowel een druppel van de zelfgemaakte, opgeloste aspirine, acetylsalicylzuur en een druppel van de commerciële aspirine op de startlijn/opbrenglijn aan onderkant van het TLC-plaatje en zet deze in de glazen pot met loopvloeistof. De aspirine moet opgelost worden in een beetje loopvloeistof (samenstelling en volume verhouding van de loopvloeistof Hexaan, Ethylacetaat, Azijnzuur 4:1:1)
2. Wacht tot de loopvloeistof tot bijna boven aan het TLC-plaatje is gekomen.
3. Bekijk het TLC-plaatje onder een UV-lamp.

**Waarnemingen van 13 november 2013**

We hebben 10,24 gram salicylzuur en 15,02 gram azijnzuuranhydride met elkaar laten reageren. Door de stoffen salicylzuur en ethaanzuurhydride bij elkaar te voegen ontstond er een witte troebele vloeistof. Toen we 5 druppels geconcentreerd zwavelzuur toevoegden, werd het op de plekken waar de zwavelzuur kwam helder en daaromheen was het wit troebel. Bij het roeren van het reactiemengsel hebben we een magneetroerder gebruikt, toen we met het roeren stopten ging de stof aan elkaar zitten. Het mengsel moest in ijsklontjes met water, er ontstond een witte neerslag, dat zakte naar de bodem, daarboven was een heldere kleurloze vloeistof. We hebben het door het afzuigsysteem gedaan en je hield in het filtreerpapier de vaste stof over. Dat is de onzuivere aspirine.

Dit mengsel is zuiver gemaakt en we hebben warme (35 oC) ethanol er bij gedaan. Toen werd het een neerslag en die loste langzaam weer op door te roeren. Hierna is het warme water van 40,2 oC er bij gedaan er ontstond geen neerslag. We hebben het laten afkoelen door het bekerglas in een groter beker glas te zetten met ijs.Je zag het een neerslag worden. Het werd een witte vaste stof. Daarnaar ging dit mengsel in de trechter met afzuigerlenmeyer, de gezuiverde aspirine bleef achter in het filter De gezuiverde aspirine is gedroogd aan de lucht.

We hebben deze proef in duo uitgevoerd.

De loopvloeistof was helder, kleurloos toen de drie stoffen, Hexaan, Ethylacetaat en Azijnzuur, bij elkaar werden gevoegd. We hebben eerst een schepje van de aspirine uit de winkel, ongezuiverde (twee keer) en de gezuiverde (twee keer) aspirine opgelost in 10 ml loopvloeistof. Ze loste langzaam op. Over al op het TLC-plaatje een druppels van de aspirine van de winkel en salicylzuur gedaan. Op het eerste plaatje ook ongezuiverde van 9-7-13, op het tweede plaatje de gezuiverde van 9-7-13, op het derde plaatje de ongezuiverde van 13-11-13 en op het laatste plaatje de gezuiverde van 13-11-13. Ze hebben ongeveer 2 uur er in de loopvloeistof gestaan. Aan het begin liep de loopvloeistof heel hard daarnaar heel traag. Onder de UV-lamp zagen we overal vlekjes, we hadden te lang gewacht. We hebben het toen nog een keer gedaan: we hebben de aspirine uit de winkel, ongezuiverde (twee keer) en de gezuiverde (twee keer) aspirine opgelost in ethanol. En toen weer het zelfde op de TLC-plaatje gedaan. Ze hebben 45 minuten in de loopvloeistof gezeten en droog gewapperd en weer onder de UV-lamp gelegd en toen zagen we niks. We hebben toen van alle stoffen: de aspirine uit de winkel, ongezuiverde 9-7, ongezuiverde 13-1, de gezuiverde 9-7, gezuiverde 13-11 en salicylzuur, met ijzer(II)chloride nat gespoten en we zagen paarse vlekken komen op de plek waar we het salicylzuur, ongezuiverde van allebei de keren(9-7-13 en 13-11-13) en bij de gezuiverde van 9-7-13. .

**Resultaten:**

Aan het eind van het maken van de aspirine was het totale gewicht van de gezuiverde aspirine: 6,83 gram. Bij de eerste keer met de analyse met dunnelaagchromatografie waren de punten overal. Met de tweede keer konden we niks zien. Met de ijzer(III)chloride vloeistof hebben we paarse vlekken gezien om te bepalen of er geen salicylzuur in zat. Bij de salicylzuur was het helemaal paars gekleurd, bij de gezuiverde aspirine van 9-7-13 was het licht paars gekleurd, dit was het zelfde bij ongezuiverde aspirine van 9-7-13, bij de ongezuiverde van 13-11-13 was het heel licht paars, bij de gezuiverde aspirine van 13-11-13 en de winkel aspirine bleven gewoon wit.

**Conclusie:**

De aspirine die we 13-11-13 gemaakt hebben zit geen salicylzuur meer in want het was niet paars bij de gezuiverde van 9-7-13 zat nog wel salicylzuur in. Bij de ongezuiverde zit overal nog wel salicylzuur in. Ook de aspirine uit de winkel zat geen salicylzuur in, maar dat zou ook niet goed zijn als dat er nog wel in zat.

**Discussie:**

Bij de eerste keer hadden we bij het herkristalliseren niet de helft gepakt van de genoemde waarde van warme ethanol en warm water, maar wel de helft van de ongezuiverde aspirine, dat is geen goede verhouding. We hebben het reactiemengsel met de warme ethanol niet goed opgelost dus dat zou kunnen dat er nog salicylzuur in zit. Bij de tweede proef hebben we daar goed opgelet en daar zat geen salicylzuur meer in.

We hebben bij de herkristallisatie overal de helft gepakt om dan het ongezuiverde ook te kunnen analyseren. We hebben bij de tweede keer een andere waterbad gebruik als bij de eerste want degene die wij gebruikt hadden deed het niet.

Bij de analyse met dunne laagchromatografie hadden we de eerste keer niet zo lang moeten wachten, want de loopvloeistof loopt bijna niet meer omhoog en dan gaan de stoffen ook naar rechts en links. Bij de tweede keer hebben we, denken we, te kort in de loopvloeistof gehad. Maar tenslotte weten we of de begin stof, salicylzuur, nog in de gezuiverde aspirine zat, door het te bespuiten met ijzer(II)chloride