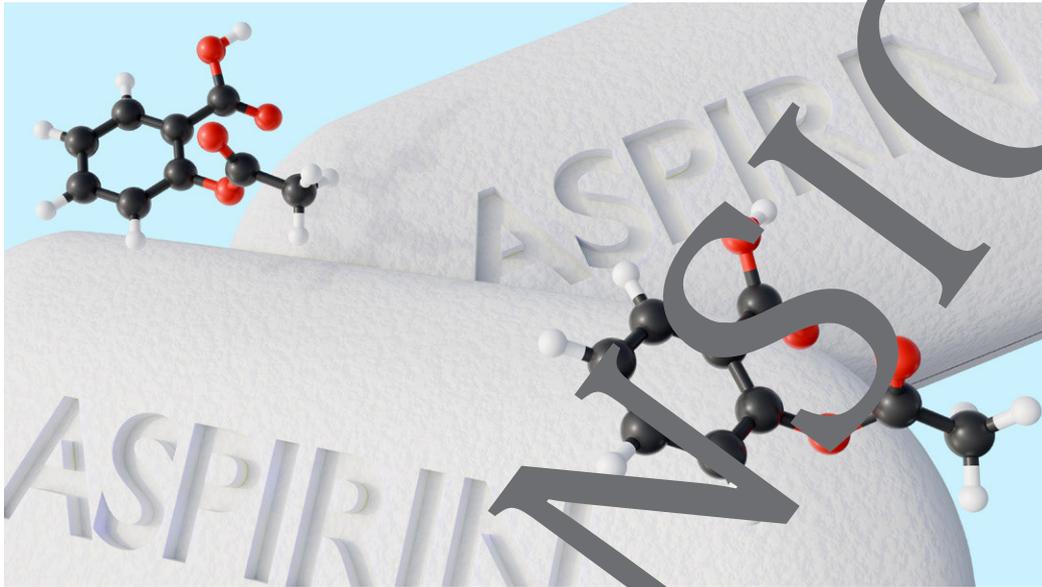


II.C.51

Vielfalt organischer Verbindungen

Strukturermittlung am Medikament Aspirin – IR-, NMR- und Massenspektren auswerten

Dr. Kerstin Reinecke



© RAABE 2025

© Love Employee/iStock/Getty Images Plus

Aspirin gilt als das erste gezielt hergestellte Medikament. Bereits die Vorstufe, Salicylsäure, war das erste gezielt extrahierte, industriell hergestellte und verpackte Heilmittel. Aufgrund der relativ einfachen Struktur eignet sich Acetylsalicylsäure besonders gut, um daran die Methoden der instrumentellen Analytik, die über die klassischen Nachweisreaktionen hinausgehen, zu erarbeiten. Die Methoden Infrarot-Spektroskopie, Massenspektroskopie und ^1H -NMR-Spektroskopie werden in dieser Einheit eingeführt und zur Identifizierung der Stoffe in der Aspirinsynthese angewendet.

KOMPETENZ

Klassensstufe: Sek. II

Dauer: 2 Unterrichtsstunden

Kompetenz: 1. Erkenntnisgewinnungskompetenz; 2. Fachkompetenz;

3. Kommunikationskompetenz

Inhalt: Instrumentelle Analytik, organische Chemie, Spektroskopie, Infrarotspektroskopie, Spektren,



Auf einen Blick

Vorbemerkungen

Die GBU zu den verschiedenen Versuchen finden Sie als Download im Zusatzmaterial.

1.–2. Stunde

Thema: Die Strukturelemente des Aspirins

M 1 Salicylsäure und Acetylsalicylsäure

Dauer: **Vorbereitung:** 10 min, **Durchführung:** 25 min

Chemikalien:

- Salicylsäure
- Acetylsalicylsäure (in Form einer Aspirin-Tablette ohne weitere Zusätze)
- Eisen(III)-chlorid-Lösung, 5%
- Natronlauge, 1 mol/l
- Dest. Wasser

Geräte:

- Schutzbrille und Laborkittel pro Person
- pH-Elektrode
- 4 Regenzylinder
- Spatel
- Becherglas (100 ml)

3.–4. Stunde

Thema: Analytische Methoden im Gruppenpuzzle

M 2 Expertengruppe 1: NMR-Spektroskopie

M 3 Expertengruppe 2: Infrarot-Spektroskopie

M 4 Expertengruppe 3: Massenspektrometrie

M 5 Stammgruppenphase: Identifizierung des Aspirins

M 6 Tippkarten zur Identifizierung des Aspirins

Benötigt: Ausdruck der Tippkarten

5.–6. Stunde

Thema: Acetylsalicylsäure und Salicylsäure in Kosmetik

M 7 Ein Medikament versteckt sich in der Kosmetik

Dauer: **Vorbereitung:** 10 min, **Durchführung:** 25 min

Chemikalien:

- Eisen-(III)-sulfat-Lösung, 2%ig 
- Hühneraugentinktur (enthält Salicylsäure)
- Duschgel oder Salbe mit Salicylsäure (z. B. Anti-Pickel-Gel)
- Dest. Wasser

Geräte:

- Reagenzgläser (mind. 2 pro Gruppe)
- Becherglas (100 ml)
- Tropfpipetten oder Einwegpipetten
- Messzylinder (z. B. 10 ml)
- Stopfen (für Reagenzglas)
- Spatel
- Schutzbrille und Laborkittel pro Person

Minimalplan

Da der Fokus auf den physikalischen Analysemethoden liegt, kann auch nur das Gruppenpuzzle durchgeführt werden. Wenn der Vergleich zu anderen Substanzen gewünscht ist, kann hier schneller vorgegangen werden, indem die Nachweisreaktionen als Demonstrationsversuch durchgeführt werden.

Erklärung zu den Symbolen



Dieses Symbol markiert differenziertes Material. Wenn nicht anders ausgewiesen, befinden sich die Materialien auf dem mittlerem Niveau.



leichtes Niveau



mittleres Niveau



schwieriges Niveau

M 1

Salicylsäure und Acetylsalicylsäure

Die heute als Aspirin bekannte Acetylsalicylsäure wurde aus dem lange verwendeten Naturstoff Salicylsäure entwickelt. Wie aber kann man die Struktur dieser und vieler anderer Stoffe ermitteln? Lange blieb nur die Möglichkeit von Nachweisreaktionen als Hinweis auf bestimmte Strukturelemente.



Schülerversuch: Nachweisreaktionen bei Salicylsäure und Acetylsalicylsäure

Vorbereitung: 10 min, Durchführung: 25 min

Chemikalien		Geräte
<input type="checkbox"/> Salicylsäure <input type="checkbox"/> Acetylsalicylsäure (in Form einer Aspirin-tablette ohne weitere Zusätze)	<input type="checkbox"/> Eisen(III)-chlorid-Lösung, 5%  <input type="checkbox"/> Natronlauge, 1 mol/l  <input type="checkbox"/> Dest. Wasser	<input type="checkbox"/> Schutzbrille und Laborkittel pro Person <input type="checkbox"/> pH-Elektrode <input type="checkbox"/> 4 Reagenzgläser <input type="checkbox"/> Spatel <input type="checkbox"/> Reagenzglas (100 ml)
<p>Entsorgung: Die Lösungen mit Eisen(III)-chlorid im Sammelbehälter für Schwermetalllösungen entsorgen. Die verdünnte NaOH-Lösung, Salicylsäure, Aspirin können in geringen Mengen über das Abwasser entsorgt werden, ggf. neutralisieren.</p>		

Versuchsdurchführung

1. pH-Wert-Bestimmung:

Es werden zwei Reagenzgläser vorbereitet. In das erste wird eine Spatelspitze Salicylsäure und in das zweite eine Spatelspitze zerdrückte Aspirin-tablette gegeben. Die Reagenzgläser werden zur Hälfte mit Wasser gefüllt. Mit Hilfe der pH-Elektrode wird der pH-Wert der beiden Lösungen bestimmt.

2. Nachweis mit Eisen-(III)-chlorid-Lösung:

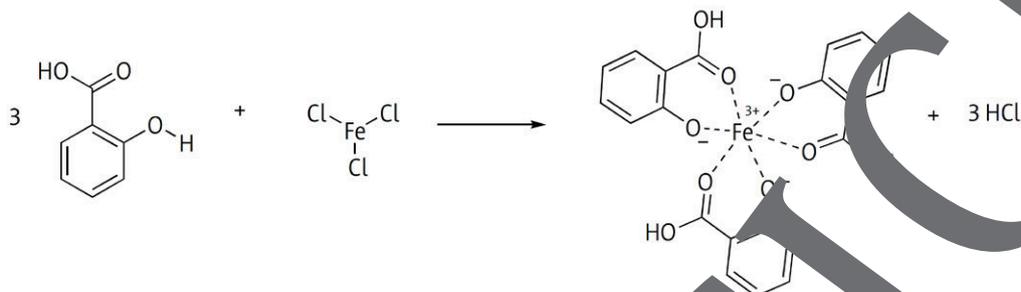
Anschließend werden zwei weitere Reagenzgläser vorbereitet. In das erste wird eine Spatelspitze Salicylsäure in das zweite eine Spatelspitze zerdrückter Aspirin-Tablette gegeben. Im nächsten Schritt erfolgt die Zugabe einiger Tropfen der 5 %igen Eisen(III)-chloridlösung zu beiden Reagenzgläsern. In das Reagenzglas mit dem Aspirin-Pulver werden im nächsten Schritt ein paar Tropfen Natronlauge (1 mol/l) gegeben.

Tipp: Durch vorsichtiges Schütteln der Reagenzgläser lösen sich die Substanzen rascher.

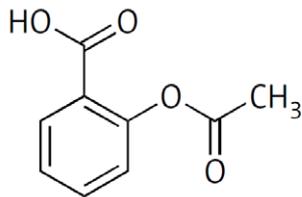


Aufgabe 1

- Führen Sie den Versuch **durch** und **Dokumentieren** Sie Ihre Beobachtungen
- Erläutern** Sie anhand der pH-Wert-Messungen, welches Strukturelement man bei der Salicylsäure vermuten kann.
- Eisen(III)chlorid bildet einen violetten Komplex mit Salicylsäure (siehe Abbildung unten). Damit wird eine phenolische OH-Gruppe nachgewiesen. **Recherchieren** Sie den Begriff „phenolische Hydroxy-Gruppe“. **Markieren** Sie die phenolische OH-Gruppe am Salicylsäure-Molekül.

**Aufgabe 2**

Die Strukturformel der Acetylsalicylsäure sieht wie folgt aus:



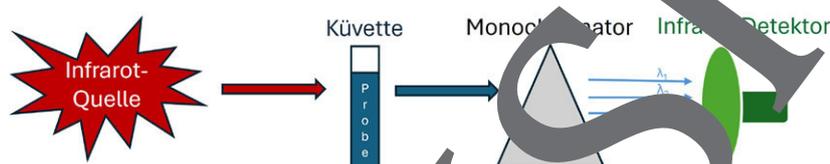
Können Sie mithilfe der durchgeführten Versuche die genaue Strukturformel ermitteln? **Begründen** Sie, warum diese Ergebnisse nur ein Hinweis auf im Molekül vorhandene Strukturelemente sind und keine genaue Struktur vorgeschrieben werden kann.

M 3

Expertengruppe 2: Infrarot-Spektroskopie

Die **Infrarotspektroskopie (IR-Spektroskopie)** ist eine analytische Methode, die in der Chemie eingesetzt wird, um Moleküle zu untersuchen. Sie basiert darauf, dass Moleküle Infrarotstrahlung (IR-Strahlung) in bestimmten Wellenlängenbereichen absorbieren. Diese Absorption hängt von den Eigenschaften der chemischen Bindungen im Molekül ab. Dadurch lässt sich die Struktur von Molekülen analysieren.

Jedes Molekül besteht aus Atomen, die durch chemische Bindungen miteinander verbunden sind. Diese Bindungen können, wie Federn schwingen, z. B. durch Streck- oder Biegeschwingungen. Die Energie für diese Schwingungen liegt im Infrarotbereich des elektromagnetischen Spektrums. Wenn ein Molekül mit IR-Strahlung bestrahlt wird, können die Bindungen Energie aufnehmen, wenn die Energie der Strahlung genau mit der Energie der Schwingung übereinstimmt. Diese Energie wird in Form einer bestimmten Wellenzahl (gemessen in cm^{-1}) angegeben. Die Absorption von IR-Strahlung führt zu einem charakteristischen **IR-Spektrum**, das wie ein Fingerabdruck des Moleküls ist.



Grafik: Dr. Kerstin Reinecke

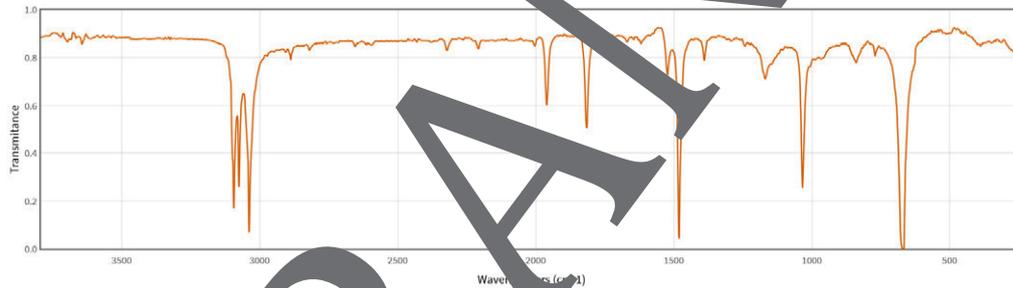
Der Ablauf der IR-Spektroskopie

- 1. Probenvorbereitung:** Die Probe wird in Abhängigkeit von ihrer Löslichkeit, Gas oder als dünner Film auf einem Träger untersucht. Feststoffe werden oft zu einer Tablette gepresst oder mit einer anderen Substanz, wie Kaliumbromid (KBr), vermischt.
- 2. Bestrahlung mit IR-Strahlung:** Ein IR-Spektrometer sendet Infrarotstrahlung mit einer Vielzahl von Wellenlängen durch die Probe. Ein Detektor misst, welche Wellenlängen der Strahlung abgeschwächt wurden, d.h. welche Energie von der Probe absorbiert wurde. Die Abbildung zeigt den Aufbau des IR-Spektrometers.
- 3. Aufzeichnung des Spektrums:** Das Spektrum zeigt die Absorption (y-Achse) in Abhängigkeit von der Wellenzahl (x-Achse). Absorptionspeaks entstehen bei Wellenzahlen, bei denen die Probe Energie aufgenommen hat.
- 4. Analyse des Spektrums:** Anhand der Position und Intensität der Peaks können Rückschlüsse auf die chemischen Bindungen im Molekül gezogen werden. Zum Beispiel deutet ein Peak bei etwa 1700 cm^{-1} auf eine C=O-Doppelbindung hin, während ein breiter Peak um $3200\text{--}3600\text{ cm}^{-1}$ typisch für eine O-H-Bindungen ist (z. B. in Alkoholen oder Carbonsäuren). Die Tabelle listet typische Peaks (auch Banden genannt) der IR-Spektroskopie auf.
Hinweis: Der Bereich unterhalb von 1500 cm^{-1} wird auch als Fingerprint-Bereich bezeichnet. Die Peaks in diesem Bereich zur genaueren Identifikation der Moleküle genutzt werden, ihre genaue Zuordnung ist allerdings oft nicht möglich. Einige der Banden können daher für eine Analyse der Strukturelemente in einer Verbindung ignoriert werden.

Typische Banden im IR-Spektrum

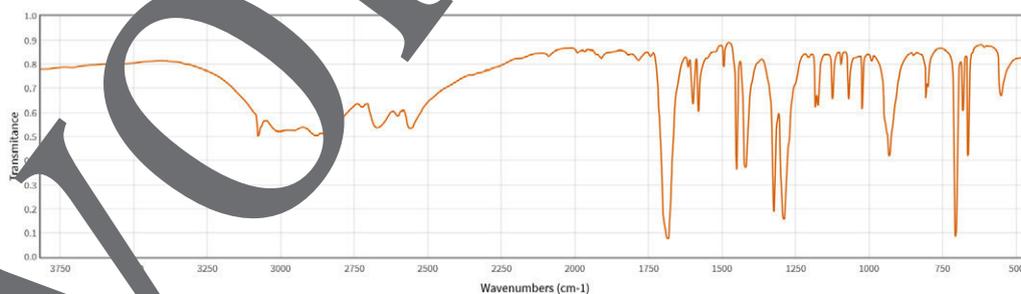
Strukturelement	Wellenzahl in cm^{-1}	Strukturelement	Wellenzahl in cm^{-1}
Primäre Alkanole	1000 bis 1100	Carbonsäuren (-OH)	2500 bis 3000
Sekundäre Alkanole	1000 bis 1120	-C-H	2800 bis 3000
Tertiäre Alkanole	1100 bis 1200	=C-H	3000 bis 3100
Aldehyde (C=O)	1700 bis 1750	C=C	1600 bis 1700
Ketone (C=O)	1690 bis 1760	-O-H	3500 bis 3700
Ester (C=O)	1750 bis 1760	-O-H (Wasserstoffbrücken)	3200 bis 3450
Aldehyde (C-H)	2960 bis 2780 und 2800 bis 2900	-O-H in Carbonsäuren	2500 bis 3000
C-C im Benzolring	1500 bis 1600 (zwei bis drei Banden)	Alkine (C-H)	3290 bis 3340

IR-Spektren:



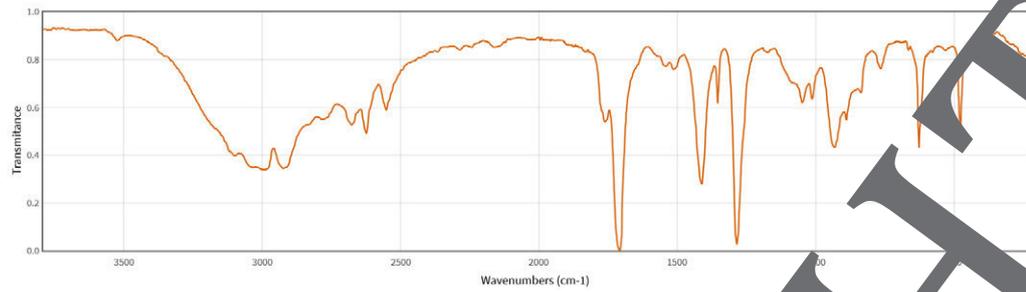
IR-Spektrum von Benzol

© 2018 copyright by the U.S. Secretary of Commerce on behalf of the United States of America. All rights reserved.



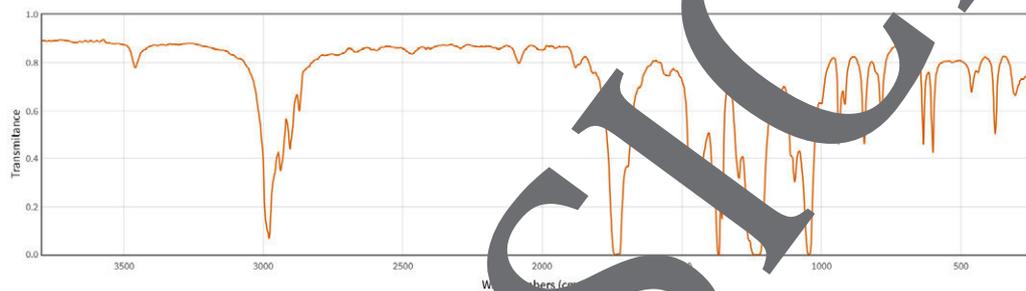
IR-Spektrum von Benzoesäure

© 1988 by COBLENTZ SOCIETY INC. Collection © 2018 copyright by the U.S. Secretary of Commerce on behalf of the United States of America. All rights reserved.



IR-Spektrum von Essigsäure

© 2018 copyright by the U.S. Secretary of Commerce on behalf of the United States of America. All rights reserved.



IR-Spektrum von Essigsäureethylester

© 2018 copyright by the U.S. Secretary of Commerce on behalf of the United States of America. All rights reserved.

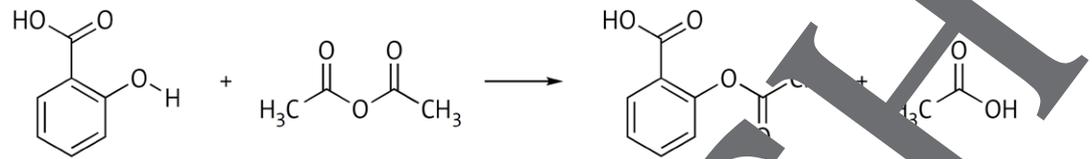
Aufgabe

Ordnen Sie die Banden in den IR-Spektren den Strukturelementen der untersuchten Substanzen zu.

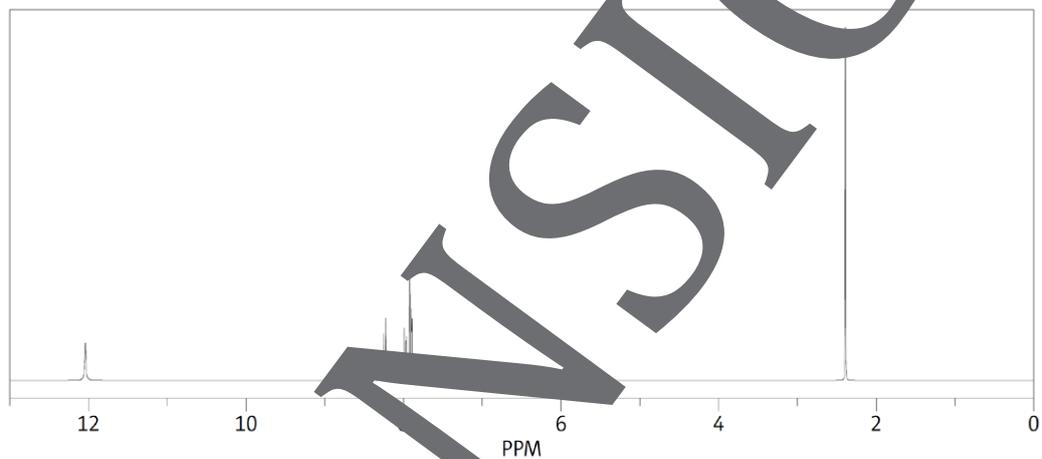
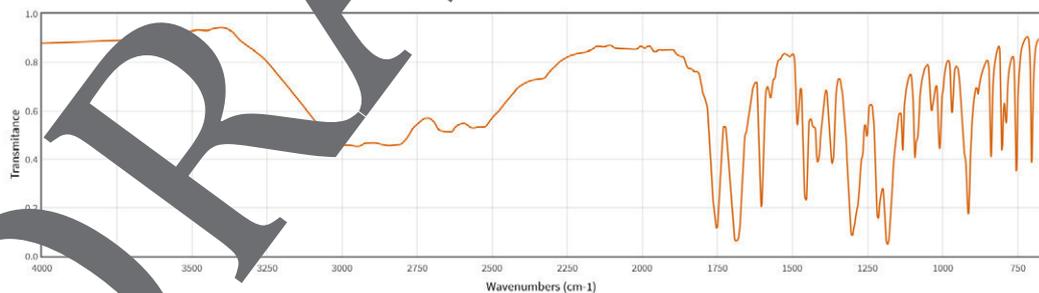
M 5

Stammgruppenphase: Identifizierung des Aspirins

Sie sehen nun die $^1\text{H-NMR}$ -Spektren, IR-Spektren und Massenspektren von Aspirin und zwei weiteren Substanzen, Salicylsäure und Essigsäureanhydrid. Salicylsäure und Essigsäureanhydrid sind die Edukte der Aspirin-Synthese.

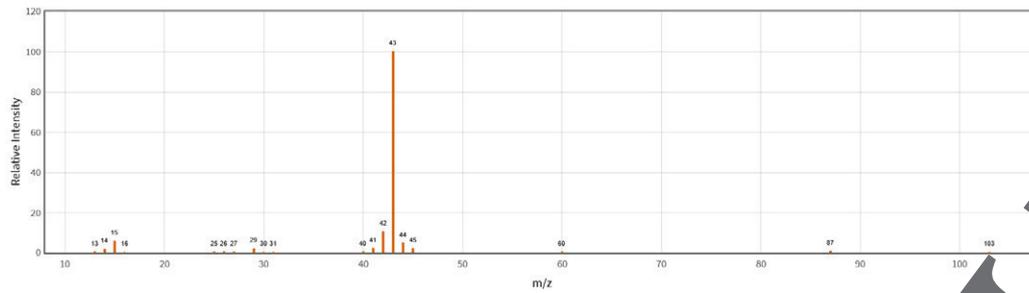


Substanz 1

 $^1\text{H-NMR}$ -Spektrum Substanz 1

IR-Spektrum Substanz 1

© 2014 copyright by the U.S. Secretary of Commerce on behalf of the United States of America. All rights reserved.



Massenspektrum Substanz 3

© 2014 copyright by the U.S. Secretary of Commerce on behalf of the United States of America. All rights reserved.

Aufgabe

- Ermitteln** Sie mithilfe der Spektren, welche Substanz jeweils Aspirin, Salicylsäure und Essigsäureanhydrid zugeordnet werden kann. **Begründen** Sie Ihre Entscheidung durch Beispiele innerhalb der Spektren.
- Begründen** Sie, warum Sie die Spektren der von Salicylsäure und Essigsäureanhydrid vorgelegt bekommen haben.

Mehr Materialien für Ihren Unterricht mit RAAbits Online

Unterricht abwechslungsreicher, aktueller sowie nach Lehrplan gestalten – und dabei Zeit sparen.
Fertig ausgearbeitet für über 20 verschiedene Fächer, von der Grundschule bis zum Abitur: Mit RAAbits Online stehen redaktionell geprüfte, hochwertige Materialien zur Verfügung, die sofort einsetz- und editierbar sind.

- ✓ Zugriff auf bis zu **400 Unterrichtseinheiten** pro Fach
- ✓ Didaktisch-methodisch und **fachlich geprüfte Unterrichtseinheiten**
- ✓ Materialien als **PDF oder Word** herunterladen und individuell anpassen
- ✓ Interaktive und multimediale Lerneinheiten
- ✓ Fortlaufend **neues Material** zu aktuellen Themen



Testen Sie RAAbits Online
14 Tage lang kostenlos!

www.raabits.de

