

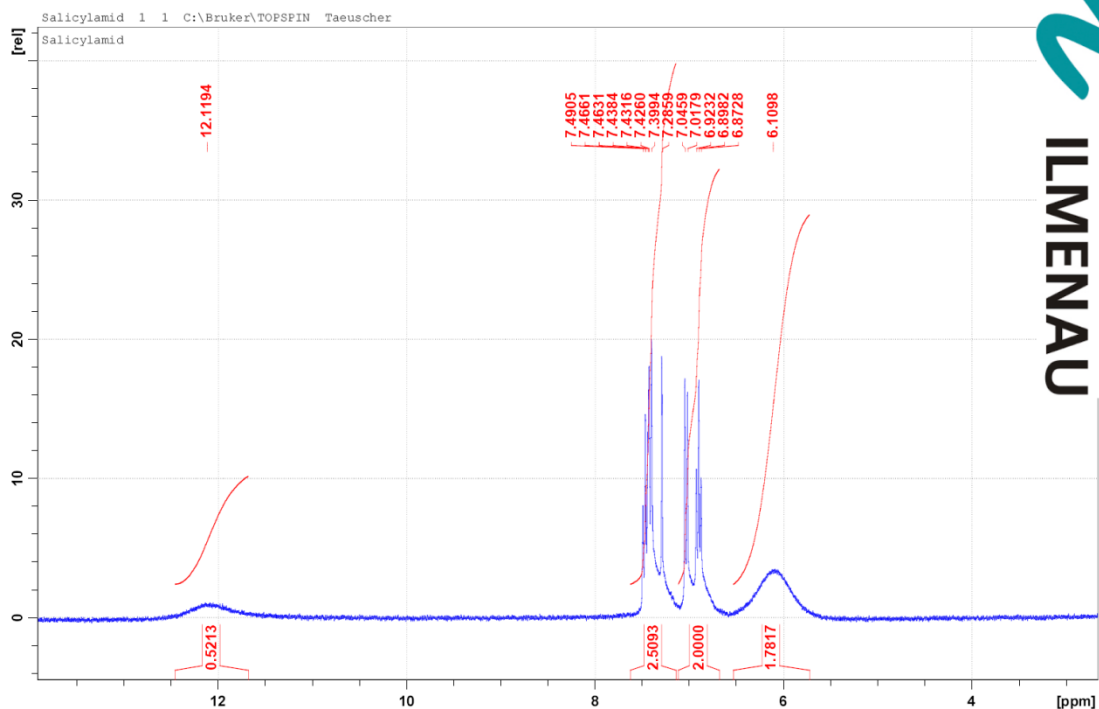
Synthese von Salicylamid

Für das Arbeiten im Autoklaven gelten die entsprechenden Arbeit-s und Sicherheitshinweise.
Man informiere sich darüber!

Ein 250 ml Autoklav (Büchi® Glasautoklav: << Mini clave>>) wird mit 150 mL konz. Ammoniaklösung (25 %) und 10 g Salicylsäuremethylester beschickt. Der Autoklav wird im Wasserbad auf 46°C erhitzt und gleichzeitig gerührt¹. Der Druck steigt auf 1-2 bar und nimmt dann langsam wieder ab. Nach 24 Stunden (über Nacht) wird die Heizung ausgeschaltet und der Autoklav so, langsam auf Raumtemperatur gebracht. Nach dem Entspannen (sehr wenig Überdruck) wird der Autoklav geöffnet und die Reaktionsmischung zum Auskristallisieren in einer Kristallisierschale in den Abzug gestellt oder alternativ am Rotationsverdampfer abdestilliert. Die so gewonnene kristalline Masse, wird aus Wasser umkristallisiert. Farb- und geruchlose Kristallnadeln oder Plättchen, Ausbeute: 90%, Smp: 141°C. (Lit. 138-142°C).

¹³CNMR (CDCl₃) δ : 173,0; 161,9; 149,1; 135,1; 126,1; 118,9; 118,7; 113,3.

¹HNMR (CDCl₃, 300 MHz):



[1] Dazu wurde ein Umwälzbad benutzt, dieses wurde auf eine Magnetrührer/Hebebühnen Kombination montiert. Ein Ölbad ist prinzipiell möglich, es muss aber beim Entfernen sehr lange Öl abtropfen gelassen werden.