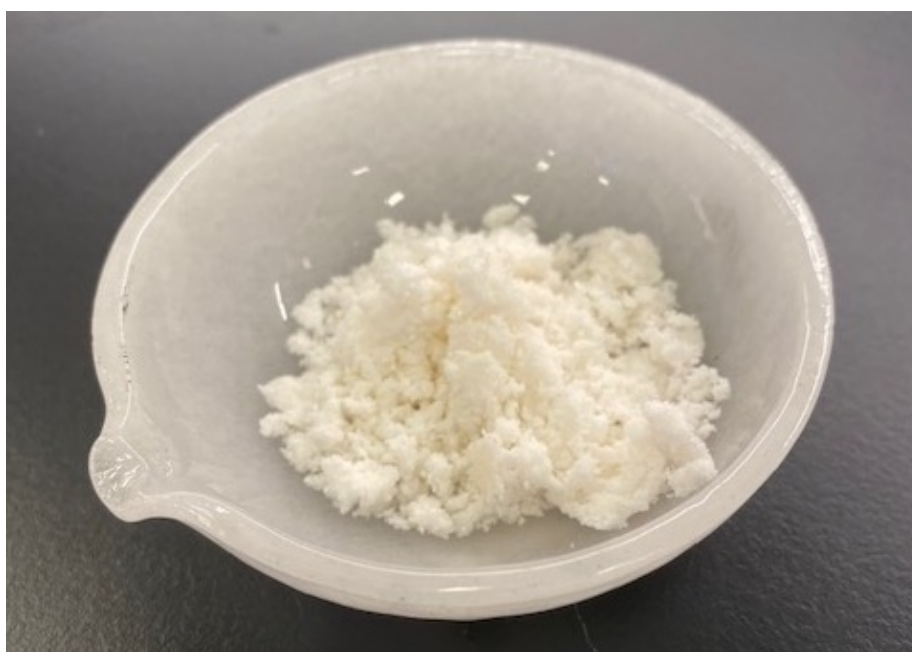


Rapport 4
3.b kemi A

Kevin Zhou

24. januar 2025

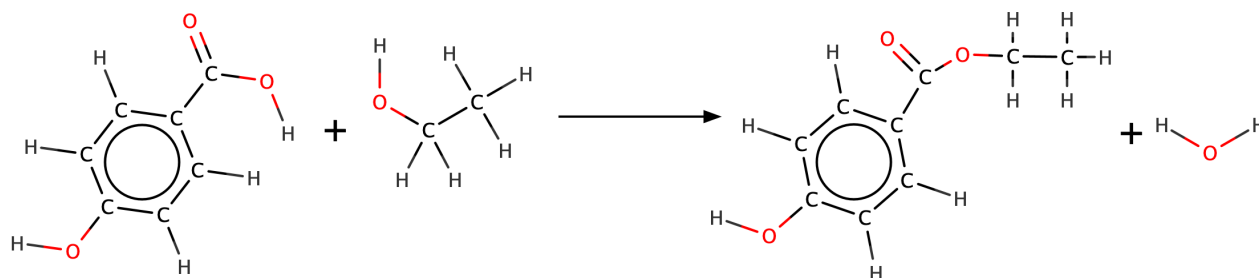


Formål

Formålet med eksperimentet er at fremstille en paraben ved en kondensationsreaktion mellem 4-hydroxybenzoesyre og ethanol.

Teori

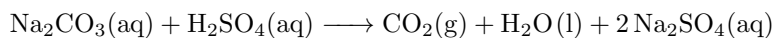
Parabenen i forsøget dannes ved en kondensationsreaktion mellem 4-hydroxybenzoesyre og ethanol. Reaktions-skemaet for denne reaktion ses i fig. 1.



Figur 1: Reaktionsskema for reaktionen mellem 4-hydroxybenzoesyre og ethanol

Fra navngivningsreglerne for estere får vi, at parabens systematiske navn være 4-ethyl(hydroxybenzoat).

Ved udfældningen af parabenen tilsættes en opløsning af natriumcarbonat for at fjerne den konc. svovlsyre, der har virket som katalysator.



Altså dannes gassen CO₂ ved tilsætningen af natriumcarbonat.

Apparatur, kemikalier og sikkerhed

Apparatur

- Varmerplate med magnetomrører
- Magnet
- Vægt
- Varmekappe
- Rundbundet kolbe med slib, 250 mL
- Korkring
- Svaler
- Stativ
- Muffe og Klemme
- Plastpipette
- 2 bægerglas (250 mL) og 2 bægerglas (100 mL)
- 2 måleglas (50 mL)
- Spatel
- Udstyr til sugefiltrering
- Porcelænsskål
- Smeltepunktstrør og -apparat
- Petriskål
- Præparatglas

Kemikalier

- 4-hydroxybenzoesyre, HOC₆H₄COOH
- Methanol og ethanol
- Konc. svovlsyre, H₂SO₄

- 10 % natriumcarbonat, Na_2CO_3
- Isterninger

Sikkerhed

- Alkoholerne er brandfarlige og farlige ved hudkontakt, indånding og indtagelse.
- Konc. svovlsyre er stærkt ætsende.
- 4-hydroxybenzoesyre er farlig ved hudkontakt, indånding og indtagelse.

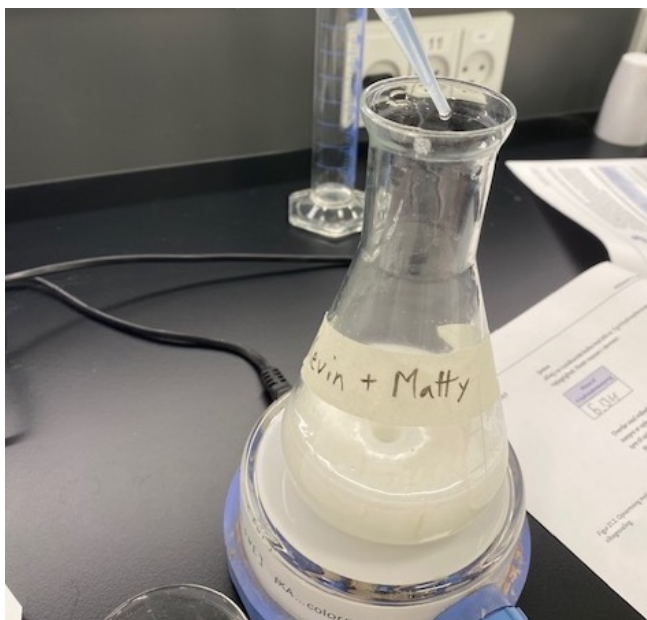
Udførelse

I en rundbunde kolbe afvejes omkring 5 g 4-hydroxybenzoesyre, og massen noteres ned. Herefter overføres 30 mL ethanol til kolben, der rystes indtil 4-hydroxybenzoesyren er opløst. Dråbevist tilsættes så 2,5 mL konc. svovlsyre under let omrystning. Kolben placeres så i en varmekappe med et svalerør som i fig. 2 og koges med reflux i omkring en time.



Figur 2: Blandingen koges med tilbagesvaling som på billedet

Efter kogningen afkøles opløsning kort og overføres til et 250 mL bægerglas med 75 mL demineraliseret vand. Bægerglasset placeres på en magnetomrører og omrøres moderat. Til blandingen tilsættes da 10 % Na_2CO_3 , og en udfældning af parabenen sker, hvilket ses i fig. 3. Når der ikke udfældes mere af parabenen afsluttes tilsætningen af 10 % Na_2CO_3 .



Figur 3: Udfældning af parabenen

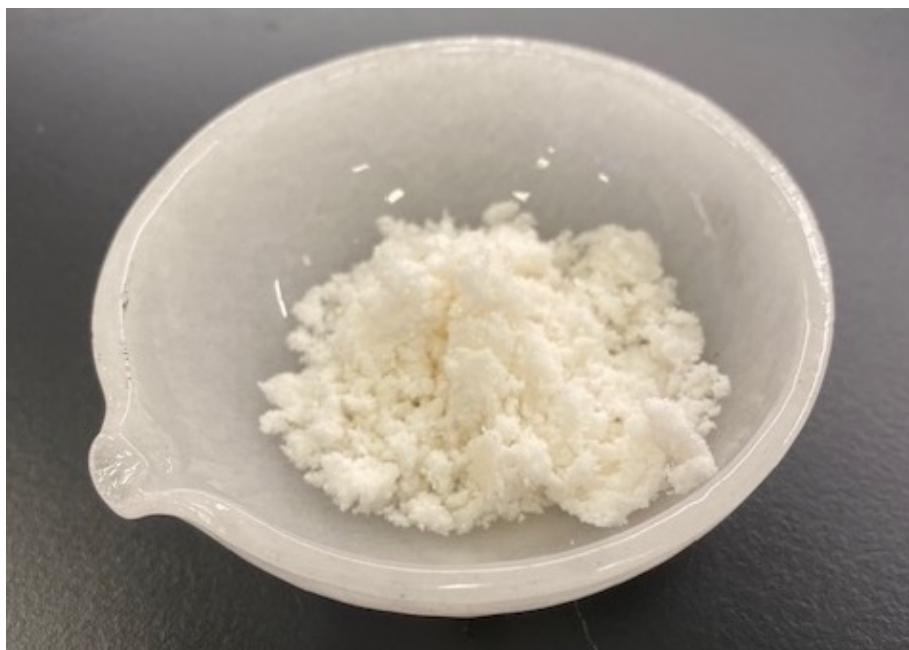
Den udfældede paraben isoleres via sugefiltrering i en opstilling som i fig. 4, og vaskes herefter tre gange igennem med isafkølet demineraliseret vand. En smule af råproduktet gemmes til senere smeltepunktsanalyse.



Figur 4: Opstilling til sugefiltrering

Det frafiltrerede stof overføres til et 250 mL bægerglas, og 50 mL methanol samt 50 mL demineraliseret vand opvarmes i hver sit bægerglas under udsugning. Derefter opløses parabenen i varm ethanol ved let omrøring. Når parabenen er opløst tilsættes varmt vand til væsken bliver uklar.

Blandningen afkøles til stuetemperatur og de udfældede krystaller isoleres ved sugefiltrering. En porcelænskål afvejes og det omkrystalliserede stof overføres til skålen (fig. 5) og står til tørring i et par dage.



Figur 5: Det omkrystalliserede stof i porcelænsskålen
Efter tørring afvejes skålen med det tørre produkt. En smeltepunktsanalyse laves så for både råproduktet og det tørre, omkrystalliserede produkt, hvilket ses i fig. 6.



Figur 6: Smeltepunktsanalyse for råproduktet og det omkrystalliserede produkt

Til sidst optages et IR-spektrum og ^1H -NMR-spektrum for det tørre, omkrystalliserede produkt.

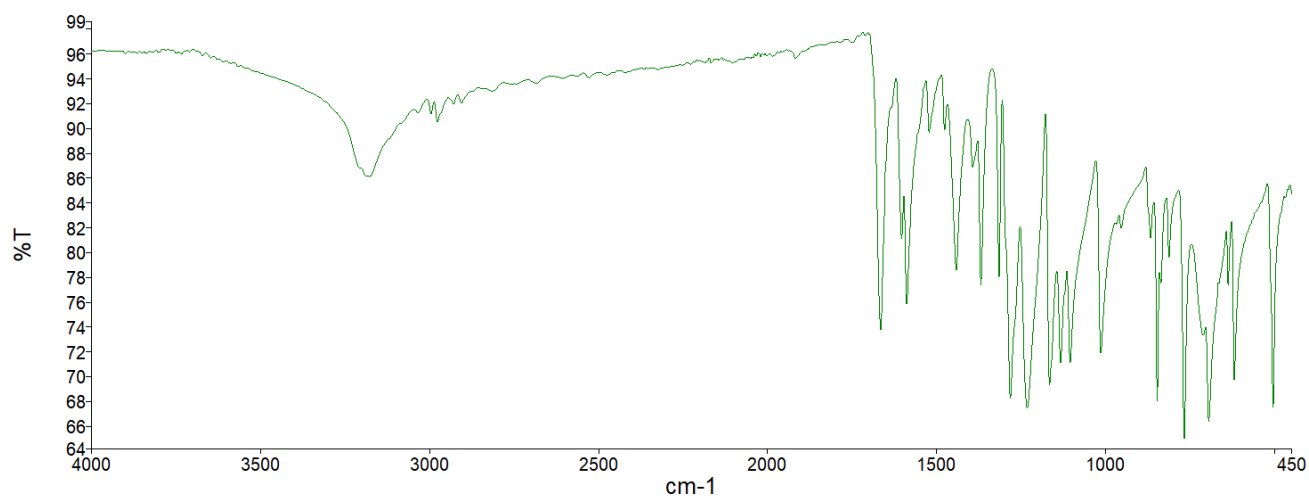
Resultater

De noterede masser og smeltepunkter ses i tabel 1.

Masse af porcelænsskål/g	Masse af porcelænsskål og udbytte/g	Målt smeltepunkt for råprodukt/°C	Målt smeltepunkt for omkrystalliseret produkt/°C	Masse af 4-hydroxybenzoesyre/g
38,836	42,743	116,6-117,2	115,6-117,5	5,134

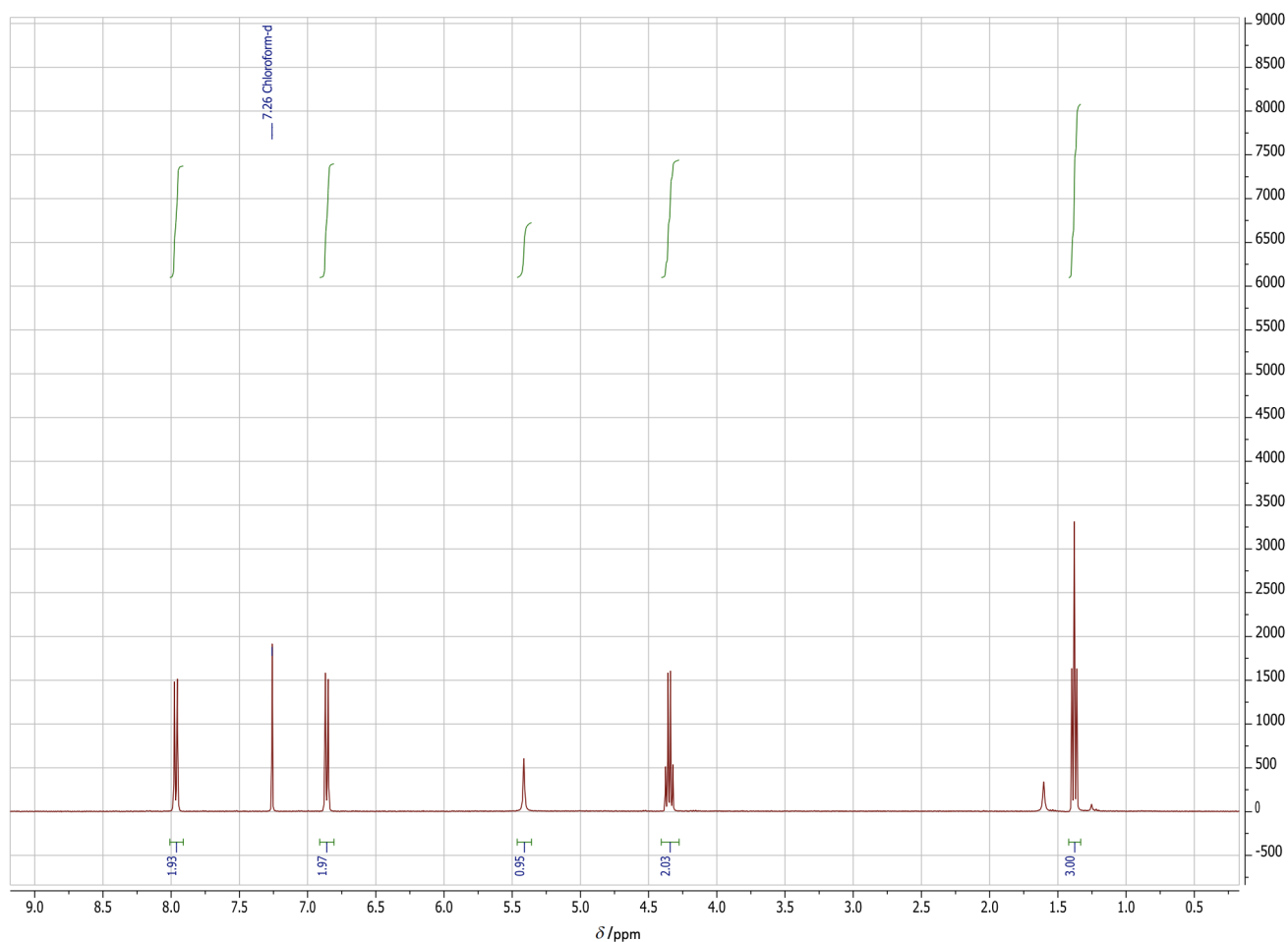
Tabel 1: De noterede masser og smeltepunkter

Det optagede IR-spektrum for parabenen ses i fig. 7.



Figur 7: IR-spektrum for paraben

^1H -NMR-spektret for vores ethylparaben ses i fig. 8.

Figur 8: ^1H -NMR-spektrum for paraben

Efterbehandling og sammenfatning

Vi starter med at beregne stofmængden af den afvejede mængde 4-hydroxybenzoesyre.

$$\begin{aligned}
 n(4\text{-hydroxybenzoesyre}) &= \frac{m(4\text{-hydroxybenzoesyre})}{M(4\text{-hydroxybenzoesyre})} \\
 &= \frac{5,134 \text{ g}}{138,12 \text{ g/mol}} \\
 &= 0,037170576 \text{ mol} \\
 &\approx 0,03717 \text{ mol}
 \end{aligned}$$

Vi beregner nu stofmængden af den anvendte ethanol.

$$\begin{aligned}
 n(\text{ethanol}) &= \frac{m(\text{ethanol})}{M(\text{ethanol})} \\
 &= \frac{\rho(\text{ethanol}) \cdot V(\text{ethanol})}{M(\text{ethanol})} \\
 &= \frac{0,789 \text{ g/mL} \cdot 30,0 \text{ mL}}{46,07 \text{ g/mol}} \\
 &\approx 0,514 \text{ mol}
 \end{aligned}$$

Vi ser da, at $n(\text{ethanol}) > n(4\text{-hydroxybenzoesyre})$, og der er da anvendt et overskud af ethanol i reaktionen. Det er derfor $n(4\text{-hydroxybenzoesyre})$, der bestemmer udbyttet af paraben, og vi har

$$n(\text{paraben}) = n(4\text{-hydroxybenzoesyre})$$

og vi kan da beregne massen af det teoretiske udbytte (bemærk, at $M(4\text{-ethyl(hydroxybenzoat)})$ ikke findes i databogen, men kan nemt udregnes som $M(\text{ethylbenzoat}) + M(\text{O})$).

$$\begin{aligned} m_{\text{teo}}(\text{paraben}) &= n(\text{paraben}) \cdot M(\text{paraben}) \\ &= 0,037170576 \text{ mol} \cdot 166,18 \text{ g/mol} \\ &= 6,17700632 \text{ g} \\ &\approx 6,177 \text{ g} \end{aligned}$$

Vi beregner nu det praktiske udbytte af paraben.

$$\begin{aligned} m_{\text{prak}}(\text{paraben}) &= m(\text{porcelænsskål} + \text{udbytte}) - m(\text{porcelænsskål}) \\ &= 42,743 \text{ g} - 38,836 \text{ g} \\ &= 3,907 \text{ g} \end{aligned}$$

Vi kan nu udregne det praktiske udbytte i % af det teoretiske udbytte.

$$\begin{aligned} \text{Relativt udbytte} &= \frac{m_{\text{prak}}(\text{paraben})}{m_{\text{teo}}(\text{paraben})} \\ &= \frac{3,907 \text{ g}}{6,17700632 \text{ g}} \\ &\approx 0,6325 \\ &= 63,25\% \end{aligned}$$

Ved opslag i Wikipedia findes, at ethylparabens smeltepunkt er $115^\circ\text{C} - 118^\circ\text{C}$. Dette ligger meget tæt på de målte smeltepunkter for både råproduktet og det omkrystalliserede produkt. En sammenfatning af de ovenstående resultater ses i tabel 2.

n(4-hydroxybenzoesyre)	n(alkohol)	Smeltepunkt for ethylparaben (tabel)
0,03717 mol	0,5139 mol	$115^\circ\text{C} - 118^\circ\text{C}$
Teoretisk udbytte m(paraben)	Praktisk udbytte m(paraben)	Udbytte i %
6,177 g	3,907 g	63,25%

Tabel 2: Sammenfatning af efterbehandling

En tilordning af de karakteristiske absorptionsbånd over 1500 cm^{-1} i IR-spektret ses i tabel 3.

Bånd nr.	$\frac{1}{\lambda}/\text{cm}^{-1}$ (aflæst)	Intensitet	Bindingstilordning	Kommentarer	$\frac{1}{\lambda}/\text{cm}^{-1}$ (tabel)
1	3200-3000	Svag-medium	O-H strækning	Alkohol/phenol Bredt bånd	3100-3600
2	2900-3000	Svage	C-H strækning	Alkyl	2810-2960
3	1750	Medium	C=O strækning	Ester	1745
4	1600	Medium	C=C strækning C:sp ²	Aromatisk ring To bånd	1575-1600

Tabel 3: Tilordning af absorptionsbånd i IR-spektret

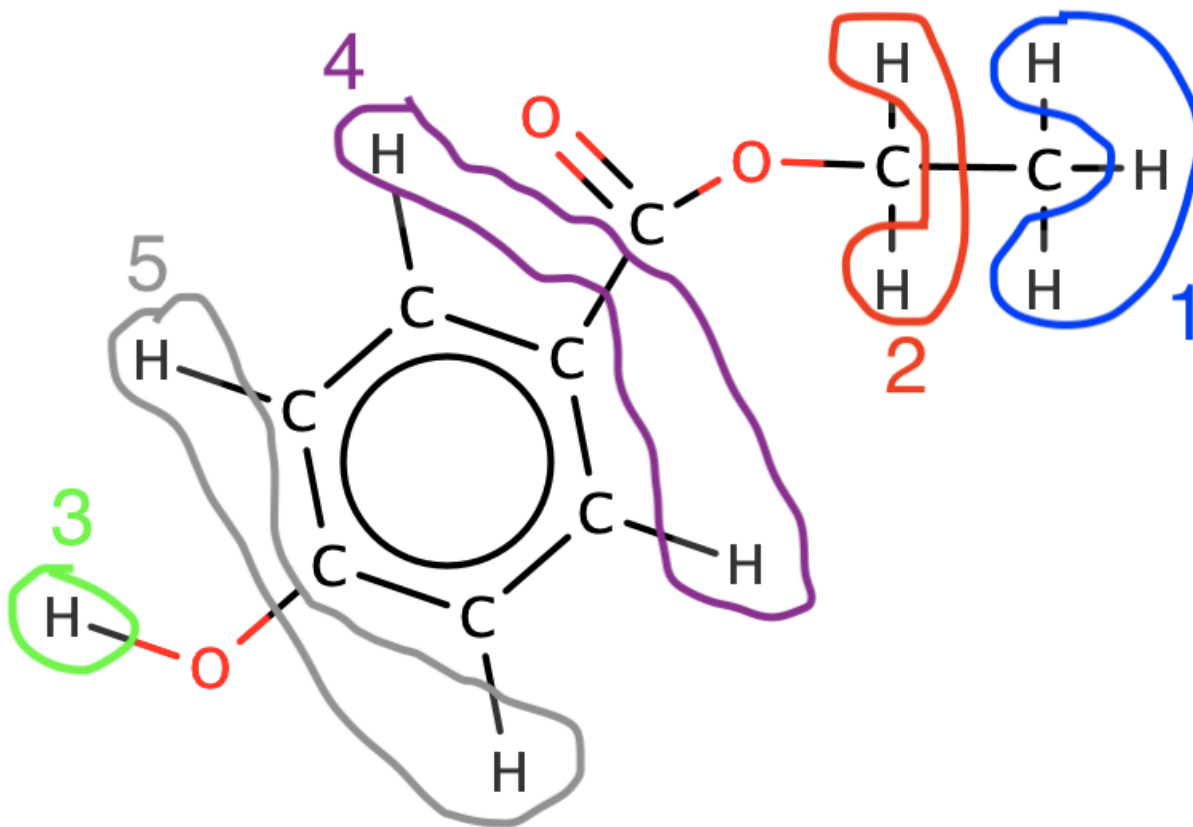
Vi ser da, at det i høj grad er i overensstemmelse med strukturformlen for parabenen, der ses i fig. 1. Der mangler dog et bånd for C–H-strækningsvibrationer, hvor C-atomet er sp^2 -hybridiseret (bølgetal på 3010-3100 cm^{-1}). Dette kan være forårsaget af, at den bliver ”slugt” af bånd nr. 1.

En tilordning af signalerne i ^1H -NMR-spektret af parabenen ses i table 4.

Signal nr.	Kemisk skift (aflæst) δ/ppm	Integral/areal (relativt antal ækvivalente ^1H -atomer)	Opsplitning	Antal nabo- ^1H 'er	Tilordning	Kemisk skift (tabel) δ/ppm
1	1,4	3	Triplet	2	$\text{CH}_3\text{--CH}_2\text{--CO--O}$	1,2
2	4,3	2	Kvartet	3	$\text{CH}_3\text{--CH}_2\text{--O--CO--Ar}$	4,4
3	5,4	1	Singlet	0	Ar--OH	4,5-10
4	6,85	2	Dublet	1	2 Ar–H	6,5-8
5	7,95	2	Dublet	1	2 Ar–H	6,5-8

Tabel 4: Tilordning af absorptionsbånd i ^1H -NMR-spektret

De ^1H -atomer, som signalerne svarer til ses i fig. 9.



Figur 9: De tilsvarende ^1H -atomer til signalerne

^1H -NMR-spektret passer altså med strukturformlen for ethylparaben, og det fremstillede stof må da være det ønskede paraben.

Mulige fejlkilder

Den største årsag til, at udbyttet ikke er højere, er besvær med at få alt produktet ud af sugefilteret. Derudover benyttes noget af råproduktet til smeltepunktsanalyse.

Konklusion

Vi har fremstillet ethylparaben ved en kondensationsreaktion mellem 4-hydroxybenzoesyre og ethanol. Dette er gjort med et relativt udbytte på 63,25%.