



## 21. Syntese af en paraben

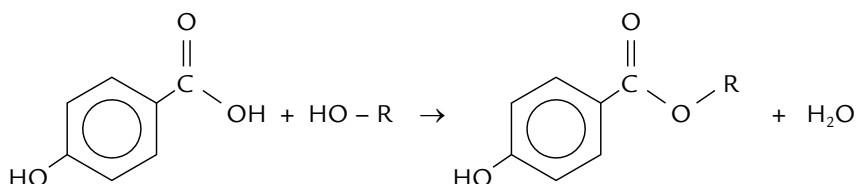


Figur 21.1. Parabener bruges som konserveringsmidler i fx shampoo.

Formålet med dette eksperiment er at fremstille en paraben.

Parabener er estere af syren 4-hydroxybenzoesyre, som også har navnet *para*-hydroxybenzoesyre, hvilket forklarer navnet paraben.

Dannelsen af en paraben kan ske ved en kondensationsreaktion mellem 4-hydroxybenzoesyre og en alkohol. Et generelt reaktionsskema kan opskrives på følgende måde:



### APPARATUR

- Varmeplade med magnetomrører
- Magnet
- Vægt
- Varmekappe
- Rundbundet kolbe med slib, 250 mL
- Korkring
- Svaler
- Stativ
- Muffe og klemme
- Plastpipette
- 2 bægerglas, 250 mL
- 2 bægerglas, 100 mL
- 2 måleglas, 50 mL
- Spatel
- Udstyr til sugefiltrering
- Skål til isbad
- Porcelænsskål
- Smeltepunktsrør
- Smeltepunktsapparat
- Petriskål
- Præparatglas

### KEMIKALIER

- 4-hydroxybenzoesyre,  $\text{HOC}_6\text{H}_4\text{COOH}$
- Alkoholer, fx methanol, ethanol og propan-1-ol
- Konc. svovlsyre,  $\text{H}_2\text{SO}_4$
- 10 % natriumcarbonat,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$
- Universalindikatorpapir
- Isterninger

### RISICI

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

## EKSPERIMENTELT

*Syntese*

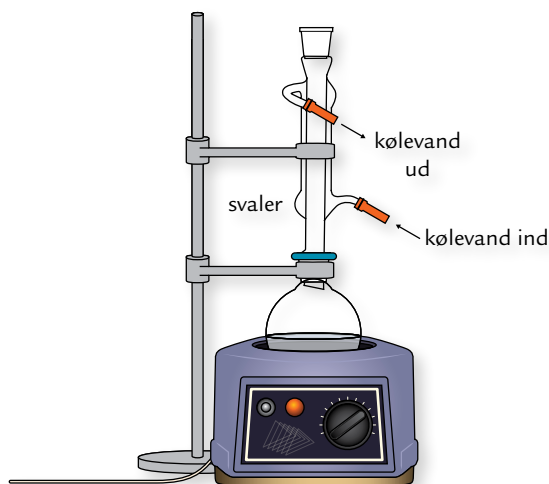
Afvej i en rundbundet kolbe med slib ca. 5 g 4-hydroxybenzoesyre med 0,01 grams nøjagtighed. Notér massen i skemaet:

| Masse af<br>4-hydroxybenzoesyre/g |
|-----------------------------------|
|                                   |

Overfør med måleglas 30 mL alkohol til kolben. Ryst kolben, til 4-hydroxybenzoesyre er opløst. Tilsæt dråbevis og under let omrystning 2,5 mL konc. svovlsyre til opløsningen.

Placér kolben i en varmekappe og forsyn den med et svalerør. Tænd for opvarmningen, når kølevandet er tilsluttet. Kog med tilbagesvaling (reflux) i ca. en time.

Figur 21.2. Opvarmning med tilbagesvaling.



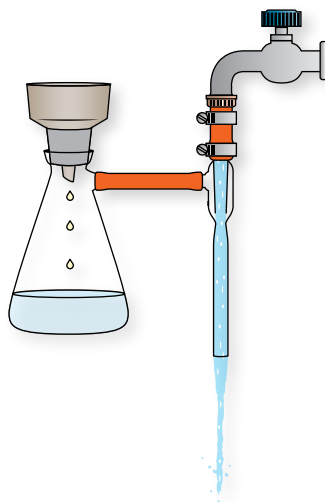
Hæld efter kort tids afkøling opløsningen fra kolben over i et 250 mL bægerglas med 75 mL demineraliseret vand. Placér bægerglasset på en magnetomrører og sørg for moderat omrøring. Tilsæt blandingen 10 %  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , hvorved der sker en udfældning af parabenen. Afslut, når der ikke længere sker gasudvikling eller ses yderligere udfældning af parabenen.

Isolér den udfældede paraben ved sugefiltrering. Vask omhyggeligt stoffet på filteret tre gange med isafkølet demineraliseret vand.

Overfør en lille smule af dette råprodukt til en petriskål til senere smeltepunktsanalyse.

*Omkristallisation*

Overfør det frafiltrerede stof til et 250 mL bægerglas. Opvarm i hver sit 100 mL bægerglas på en varmeplade under udsugning ca. 50 mL methanol, til det koger, og ca. 50 mL demineraliseret vand. Opløs parabenen i varm methanol –



Figur 21.3. Sugfiltrering med Büchnertragt.

brug så lidt methanol som muligt – og rør rundt med en spatel. Tilsæt dernæst varmt vand, til væsken bliver uklar.

Afkøl langsomt blandingen til stuetemperatur. Til slut kan afkølingen ske i isvand. De udfældede krystaller isoleres ved sugfiltrering. Vej en porcelænsskål og notér massen i skemaet nedenfor. Overfør det omkrystalliserede stof til skålen. Lad stoffet stå til tørring til næste kemitime. Bestem det praktiske udbytte ved at veje porcelænsskålen med det tørre produkt.

Bestem smeltepunktet for råproduktet og det tørre, omkrystalliserede produkt.

| Masse af porcelænsskål/g | Masse af porcelænsskål og udbytte/g | Målt smeltepunkt for råprodukt/°C | Målt smeltepunkt for omkrystalliseret produkt/°C |
|--------------------------|-------------------------------------|-----------------------------------|--|
|                          |                                     |                                   |  |

Overfør det tørre, omkrystalliserede produkt til et præparatglas og send produktet til optagelse af IR-spektrum og  $^1\text{H}$ -NMR-spektrum.

## EFTERBEHANDLING

- Opskriv reaktionsskemaet for reaktionen mellem 4-hydroxybenzoesyre og den anvendte alkohol.
- Angiv parabenens systematiske navn.
- Beregn stofmængden af den afvejede mængde 4-hydroxybenzoesyre. Notér i skemaet herunder.
- Find densiteten for den benyttede alkohol ved opslag i en databog. Beregn massen af den anvendte alkohol.
- Beregn stofmængden af alkoholen.
- Begrund ud fra de beregnede stofmængder, at der er anvendt overskud af alkohol.
- Beregn det teoretiske udbytte af parabenen i gram.
- Beregn det praktiske udbytte af parabenen i gram og beregn derefter det praktiske udbytte i % af det teoretiske udbytte. Kommentér og anfør nogle grunde til, at udbyttet er mindre end 100 %.
- Find ved tabelopslag et smeltepunkt for den fremstillede paraben og sammenlign de to målte smeltepunkter for parabenen med tabelværdien. Kommentér.

| $n$ (4-hydroxybenzoesyre)       | $\rho$ (alkohol)               | $m$ (alkohol) | $n$ (alkohol)                         |
|---------------------------------|--------------------------------|---------------|---------------------------------------|
|                                 |                                |               |                                       |
| Teoretisk udbytte $m$ (paraben) | Praktisk udbytte $m$ (paraben) | Udbytte i %   | Tabelværdi for parabenens smeltepunkt |
|                                 |                                |               |                                       |

10. Forklar, hvorfor der tilsættes en opløsning af natriumcarbonat under udfældningen af paraben. Hvilken gas dannes ved tilsætningen? Opskriv et reaktionsskema for denne reaktion.
11. Giv en tilordning af de karakteristiske absorptionsbånd over  $1500\text{ cm}^{-1}$  i IR-spektret af paraben og sammenhold med strukturformlen. Er der tegn på, at det fremstillede stof er den ønskede paraben?

| Bånd nr. | Bølgetal (aflæst)<br>$\frac{1}{\lambda} / \text{cm}^{-1}$ | Intensitet | Bindingstilordning | Kommentarer | Bølgetal (tabelværdi)<br>$\frac{1}{\lambda} / \text{cm}^{-1}$ |
|----------|---|------------|--------------------|-------------|---|
|          |   |            |                    |             |   |
|          |   |            |                    |             |   |
|          |   |            |                    |             |   |
|          |   |            |                    |             |   |
|          |   |            |                    |             |   |

12. Giv en tilordning af signalerne i  $^1\text{H}$ -NMR-spektret af paraben. Inddrag både kemiske skift, integralkurve og koblingsmønster, og sammenhold med strukturformlen. Er der tegn på, at det fremstillede stof er den ønskede paraben?

| Signal nr. | Kemisk skift (aflæst)<br>$\delta/\text{ppm}$ | Integral/areal (relativt antal ækvivalente $^1\text{H}$ -atomer) | Opsplitning | Antal nabo- $^1\text{H}$ 'er | Tilordning | Kemisk skift (tabelværdi)<br>$\delta/\text{ppm}$ |
|------------|--|--|-------------|------------------------------|------------|--|
|            |  |  |             |                              |            |  |
|            |  |  |             |                              |            |  |
|            |  |  |             |                              |            |  |
|            |  |  |             |                              |            |  |
|            |  |  |             |                              |            |  |
|            |  |  |             |                              |            |  |