

SYNTESE AF METHYLSALICYLAT

Oscar 2.bx - Egaa Gymnasium
3. marts 2024

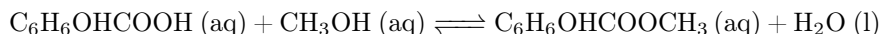
Introduktion

Formål

At syntetisere esteren methylsalicylat.

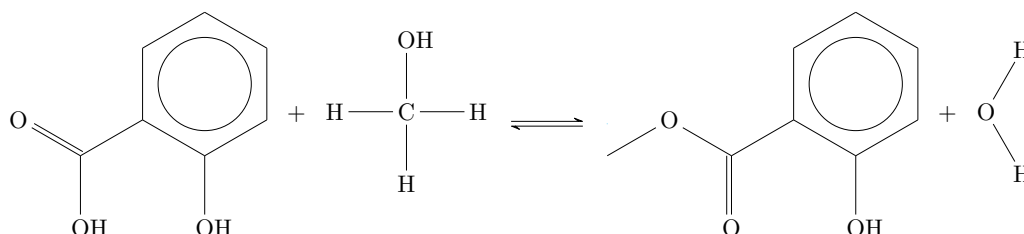
Teori

Methylsalicylat kan dannes ved kondensering af salicylsyre (2-hydroxy-benzoesyre) og methanol, som på reaktionsskema 1.



Reaktionsskema 1: Kondensation af methylsalicylat

Reaktionsskema 1 kan også ses på strukturformel på reaktionsskema 2



Reaktionsskema 2: Kondensation af methylsalicylat

Eftersom at kondenseringen af methylsalicylat er en ligevægts reaktion, vil viden om Le Chateliers princip være nyttigt. Hans princip siger, at et ydre indgreb i et system vil medføre en forskydning. I kondenseringen fjerner vi H_2O vha. bla. svovlsyre, og dermed forskydes reaktionen mod højre, og der vil blive produceret mere methylsalicylat.

Derudover anvendes der også IR-spektroskopi. Det vil sige, at en maskine sender infrarød stråling mod et stof, hvorefter maskinen måler, hvilke bølgelængder, der bliver absorberet. Forskellige bindinger og funktionelle grupper har nemlig nogle specifikke bølgelængder, som de absorberer, pga. vibrationer i molekyler og atomer. På den måde bestemmes kompositionen af vores synteseprodukt.

Hypotese

Vi regner med, at en kondensation af salicylsyre og methanol vil resultere i methylsalicylat som produkt.

Udstyr

- Salicylsyre
- Methanol
- Koncentreret svovlsyre
- Dichlormethan
- 5% natriumcarbonat-opløsning
- Vandfrit magnesiumsulfat
- Pimpsten
- 100 mL rundbundede kolber

- Varmekappedestillationsopstilling
- 25 mL måleglas
- Tragt
- 250 mL skilletragt
- 100 mL bægerglas
- 250 mL bægerglas
- Engangspipetter
- Vægt

Udførelse

Først tilsatte afmålte vi 9 g salicylsyre med 0,01 g's nøjagtighed til en rundbundet kolbe, hvorefter vi tilsatte 25 mL methanol.

Så tilsatte vi 25 mL koncentreret svovlsyre og puttede nogle få pimpsten i kolben, som vi anbragte i vores refluxopstilling og lod det simre i $\frac{1}{2}$ time.

Da opløsningen var taget af refluxopstillingen og var afkølet, så overførte vi opløsningen til en skilletragt og tilsatte 25 mL dichlormethan sammen med 20 mL demivand.

Så rystede vi forsigtigt og udluftede undervejs, så den organiske fase var adskilt og klar til at blive tappet. Det gjorde vi selvfølgelig, da vi havde fjernet proppen. Bagefter tilsatte vi igen 25 mL dichlormethan og gentog de andre skridt for at adskille den organiske fase.

Dernæst tappede vi vand fasen til et affaldsglas, overførte den organiske fase til skilletragten igen, men vi skyllede med vand i stedet for dichlormethan, og så tappede vi igen.

Og så overførte vi den organiske fase til skilletragten igen, hvor vi puttede 25 mL 5% natriumcarbonat i, og så tapper vi den organiske fase, og skiller os af med vand fasen. Dette gentages 1 gang yderligere.

I bægerglasset med den organiske fase tilsatte vi så lidt magnesiumsulfat, som hjalp med at suge resterne af vandet. Så blev resten af opløsningen kørt gennem et filter og ned i en rundbundet kolbe, som vi satte ind i vores destillationsopstilling.

Vi vejede vores rundbundede kolbe før, vi begyndte at destillere, på den måde vidste vi ca., hvornår vi var færdige med at destillere på vores opløsning.

Målinger

Alle relevante afmålinger er indskrevet i tabellen:

$m(\text{C}_6\text{H}_6\text{OHCOOH})/\text{g}$	$m(\text{kolbe})/\text{g}$	$m(\text{kolbe m. produkt})/\text{g}$	$m(\text{produkt})/\text{g}$
8,99 g	156,18	159,43	3,25

Efterbehandling

Hvis vores eksperiment havde forløbet præcis, som vi havde ønsket, så ville den noterede masse af produkt være korrekt, dvs. 3,25 g. Desværre viste det sig, at svovlsyren, som vi brugte, slet ikke var svovlsyre, det var nemlig saltsyre. Det har ikke betydet, at reaktionen ikke kunne forløbet, tværtimod. Det har dog betydet, at der har været saltsyre rester i vores produkt, da natriumcarbonat-opløsningen skulle fjerne svovlsyren og ikke saltsyre.

Før vi begynder at vurdere, hvilken betydning det så må have haft for ligevægten af reaktionen, så kan vi lige udregne det teoretiske udbytte. Her skal vi også have nogle overvejelser, vi antager, at methanol er tilsat i overskud, som det også er, så det ikke vil være en begrænsende faktor. Derfor finder vi molarmassen for salicylsyre og methylsalicylat:

$$\begin{aligned}M(\text{C}_6\text{H}_6\text{OHCOOH}) &= 138,12 \text{ g/mol} \\M(\text{C}_6\text{H}_6\text{OHCOOCH}_3) &= 152,14 \text{ g/mol}\end{aligned}$$

Nu kan vi udregne stofmængden af $\text{C}_6\text{H}_6\text{OHCOOH}$:

$$n(\text{C}_6\text{H}_6\text{OHCOOH}) = \frac{m(\text{C}_6\text{H}_6\text{OHCOOH})}{M(\text{C}_6\text{H}_6\text{OHCOOH})} = \frac{8,99 \text{ g}}{138,12 \text{ g/mol}} = 6,51 \cdot 10^{-2} \text{ mol}$$

Eftersom at forholdet mellem salicylsyre og methylsalicylat er 1 : 1, og vi regner med en nærmest fuldstændig reaktion, det vender vi tilbage til, så må vi have ækvivalente mængder:

$$\begin{aligned}m(\text{C}_6\text{H}_6\text{OHCOOCH}_3) &= n(\text{C}_6\text{H}_6\text{OHCOOCH}_3) \cdot M(\text{C}_6\text{H}_6\text{OHCOOCH}_3) \\&= n(\text{C}_6\text{H}_6\text{OHCOOH}) \cdot M(\text{C}_6\text{H}_6\text{OHCOOCH}_3) \\&= 6,51 \cdot 10^{-2} \text{ mol} \cdot 152,14 \text{ g/mol} = 9,90 \text{ g}\end{aligned}$$

Vores 3,25 g er forsvindende lidt ift. til de teoretiske 9,90 g, faktisk $\frac{3,25 \text{ g}}{9,90 \text{ g}} = 0,328 = 32,8\%$, og der er flere faktorer, der kan forklare hvorfor. Som sagt, så er det en ligevægts reaktion, så det vil være umuligt*, at få en fuldstændig reaktion. Derudover hjalp det ikke meget, at svovlsyren som skulle forskyde reaktionen var saltsyre i stedet for.