

SYNTESE AF METHYLSALICYLAT

Oscar 2.bx - Egaa Gymnasium
8. marts 2024

Introduktion

Formål

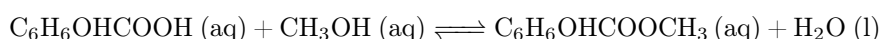
At syntetisere esteren methylsalicylat.

Metode

Vi laver en syntese.

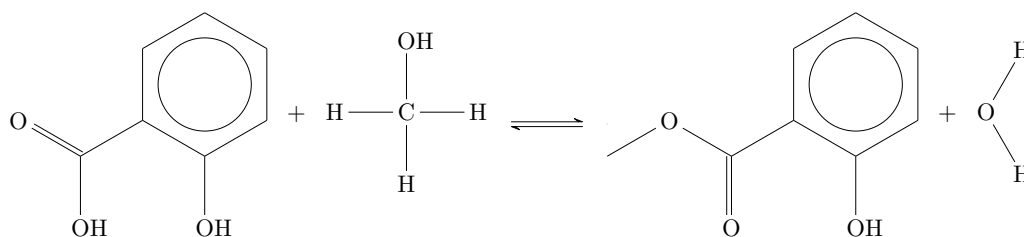
Teori

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



Figur 1: Kondensation af methylsalicylat

Reaktionsskema 1 kan også ses på strukturformel på reaktionsskema 2



Figur 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. 25 mL methanol er egentlig langt mere, end vi har brug for, men ved at tilsætte methanol i overskud mindsker vi reaktionstiden, da vi forøger koncentrationen og som Le Chatelier siger, forskyder vi reaktionen mod højre (mere methylsalicylat).

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. Udover varmes effekt på reaktionstiden, da det er en endoterm mod højre reaktion, så vil varmen resultere i noget vand, som vil gå på gasform. Det vil betyde, at ligevægten skubbes endnu længere mod højre. Vi anvendte en refluxopstilling her, da selvom methylsalicylat har et væsentligt højere kogepunkt, så vil lidt af stoffet gå på gasform, og med en refluxopstilling, så vil det ende i vores rundbundede kolbe igen.

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. Dichlormethan er et perfekt stof til vores syntese, da det er et upolært stof, som vi kan opløse methylsalicylaten i. Og så er det meget nemmere at fjerne end vand, da dichlormethans kogepunkt er 39 °C.

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. Skulle delen af trinnet er for at adskille vores faser, og natriumcarbonaten skal fjerne eventuelle rester af svovlsyre.

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:

$m(\text{C}_6\text{H}_5\text{OHCOOH})/\text{g}$	$m(\text{kolbe})/\text{g}$	$m(\text{kolbe m. produkt})/\text{g}$	$m(\text{produkt})/\text{g}$	En enkelt af målingerne kan ikke beskrives kvantitativt, så vi må nøjes med at beskrive den. Produktet af vores syntese lugter nemlig virkelig meget af mint.
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:

$$\begin{aligned}M(\text{C}_6\text{H}_5\text{OHCOOH}) &= 138,12 \text{ g/mol} \\M(\text{C}_6\text{H}_5\text{OHCOOCH}_3) &= 152,14 \text{ g/mol}\end{aligned}$$

Nu kan vi udregne stofmængden af $\text{C}_6\text{H}_5\text{OHCOOH}$:

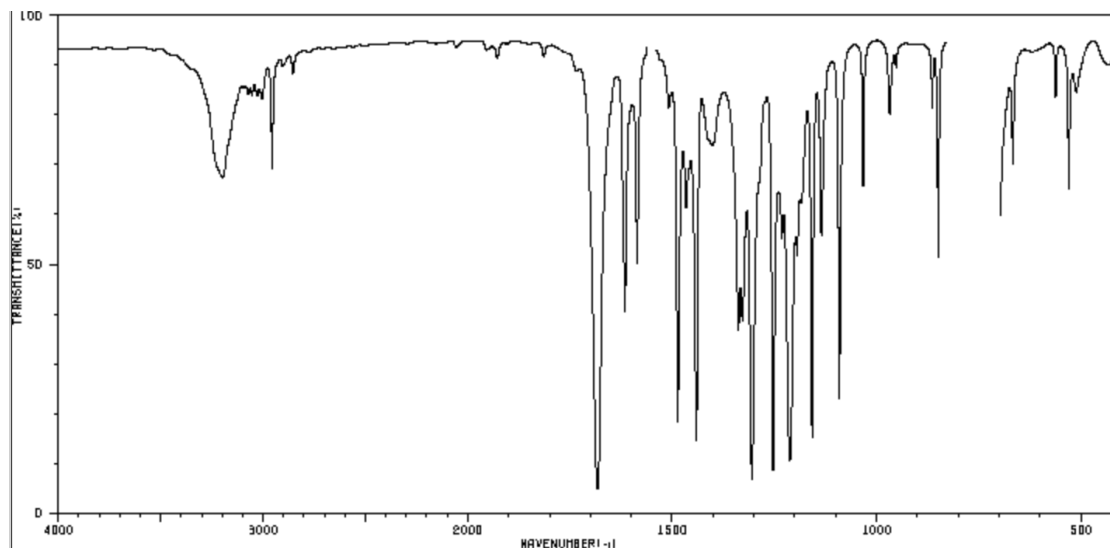
$$n(\text{C}_6\text{H}_5\text{OHCOOH}) = \frac{m(\text{C}_6\text{H}_5\text{OHCOOH})}{M(\text{C}_6\text{H}_5\text{OHCOOH})} = \frac{8,99 \text{ g}}{138,12 \text{ g/mol}} = 6,51 \cdot 10^{-2} \text{ mol}$$

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:

$$\begin{aligned}m(\text{C}_6\text{H}_5\text{OHCOOCH}_3) &= n(\text{C}_6\text{H}_5\text{OHCOOCH}_3) \cdot M(\text{C}_6\text{H}_5\text{OHCOOCH}_3) \\&= n(\text{C}_6\text{H}_5\text{OHCOOH}) \cdot M(\text{C}_6\text{H}_5\text{OHCOOCH}_3) \\&= 6,51 \cdot 10^{-2} \text{ mol} \cdot 152,14 \text{ g/mol} = 9,90 \text{ g}\end{aligned}$$

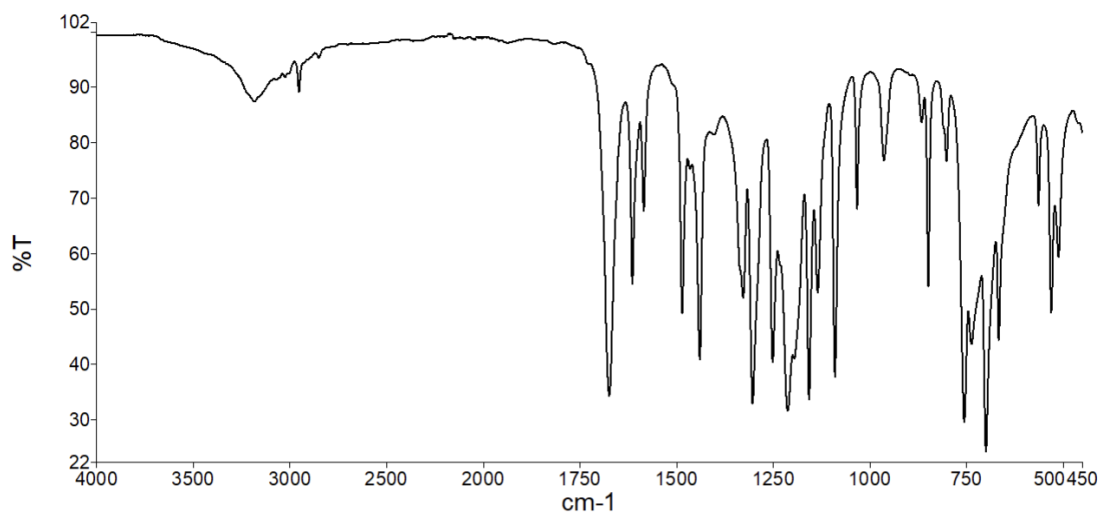
Vores 3,25 g er forsvindende lidt ift. til de teoretiske 9,90 g, faktisk $\frac{3,25 \text{ g}}{9,90 \text{ g}} = 0,328 = 32,8\%$, og der er flere faktorer, der kan forklare hvorfor. Som sagt, så er det en ligevægts reaktion, så det vil være umuligt*, at få en fuldstændig reaktion. Derudover hjalp det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

Kigger vi på billede 3 ses et IR-spektrum af methylsalicylat fra en japansk database. Her ses helt tydelige udsving ved f.eks. 3200 cm^{-1} , hvilket er karakteristika for C–H, O–H og N–H bindinger. Dog på baggrund af udsvingets udseende, dvs. det afrundede minimum, kan det skelnes, at der er tale om en O–H binding, altså en alkoholgruppe. En anden binding, som vi gerne vil være sikre på er i molekylet, er C=O (1750 cm^{-1}).



Figur 3: IR-spektrum af methylsalicylat fra Japansk Database

Med det sagt, så kan vi fortsætte til vores IR-spektrum som ses på figur 4.



Figur 4: IR-spektrum af synteseprodukt

Kaster man et hurtigt blik på figuren, så ligner de faktisk hinanden ret meget. Dog kan man se, at udsvingene er væsentligt større på figur 3, hvilket giver rigtig god mening, eftersom

at vi pga. vores "svovlsyre" nok ikke havde en synderligt høj koncentration af methylsalicylat. Man kan endda se, at vi har haft den forkerte katalysator, da C–Cl bindinger laver udslag v. $600 - 800 \text{ cm}^{-1}$. Nu har figur 3 ikke noget data i det interval, men det er tydeligt i figur 4, at der er en vis mængde C–Cl bindinger.

Fejlkilder

1. Svovlsyren var ikke svovlsyre
2. Jeg skylder flødeboller, fordi jeg glemte at fjerne proppen, da vi tappede af skilletragten
3. Lidt fejltapning, dvs. ved en af tapningerne glemte vi at lukke hanen, da den organiske fase var ude

Konklusion

Det er muligt at syntetisere methylsalicylat ved at kondensere salicylsyre og methanol, men hvis man ikke anvender de korrekte stoffer og glemmer, hvordan man lukker hanen på en skilletragt, så kan det være svært at forvente en udbytte procent på over 50%.