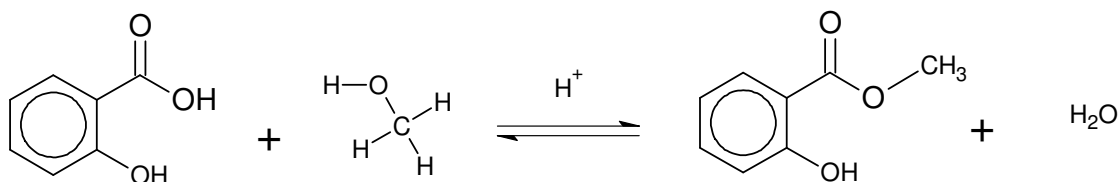


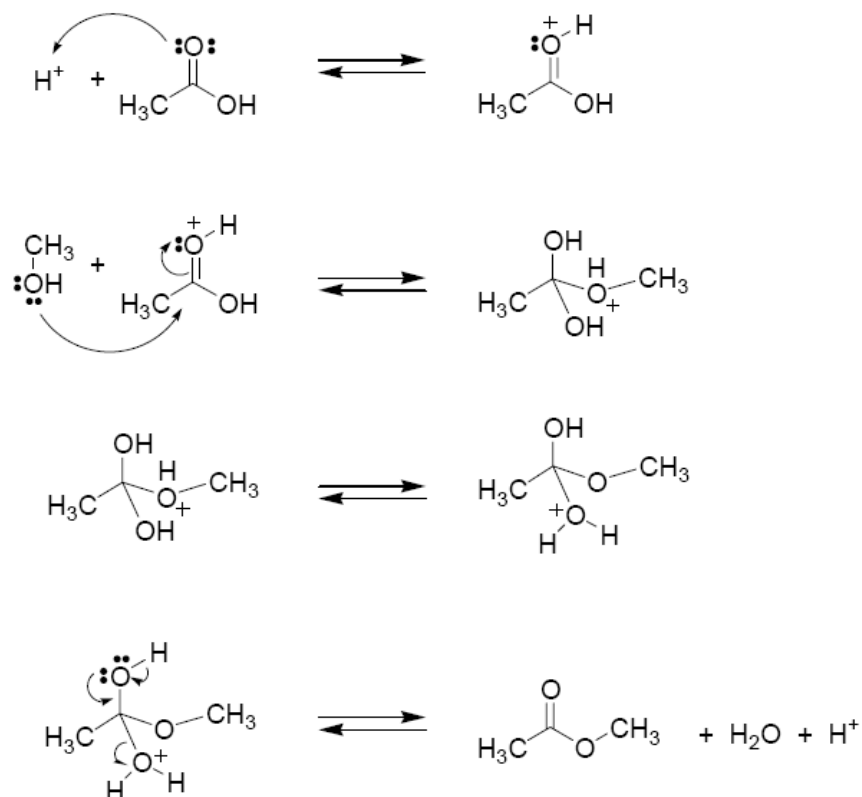
Syntese af methylsalicylat

Esteren methylsalicylat laves ved en syrekatalyseret kondensation mellem salicylsyre (2-hydroxybenzoesyre) og methanol. Esteren dufter af spearmint og bruges fx som aromastof i tyggegummi. I syntesen anvendes overskud af alkoholen.

Reaktionskemaer:



Selve mekanismen er vist nedenfor, dog med ehansyre som eksempel.



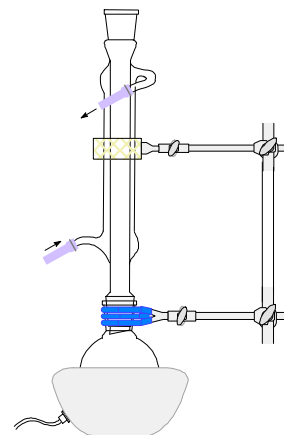
Oxogruppens oxygenatom optager en hydron fra svovlsyre, der er tilsat som katalysator. Den positive carboxylsyregruppe angribes nu af alkoholens oxygenatom, som er relativt negativt ladet. Herefter flyttes en hydron fra ét oxygenatom til et andet, og der dannes herved en god leavinggruppe, nemlig vand, som efterfølgende tabes. Samtidig hermed afgives en hydron, og det ses af den samlede mekanisme, at hydronen blot fungerer som katalysator.

Materialer:

Salicylsyre, methanol, koncentreret svovlsyre, dichlormethan, 5% natriumcarbonatopløsning, vandfrit magnesiumsulfat, pimpsten
100 mL rundbundet kolbe, varmekappe, svaler, 25 mL måleglas, tragt, 250 mL skilletragt, 3 stk. 100 mL bægerglas, 250 mL bægerglas, engangspipetter

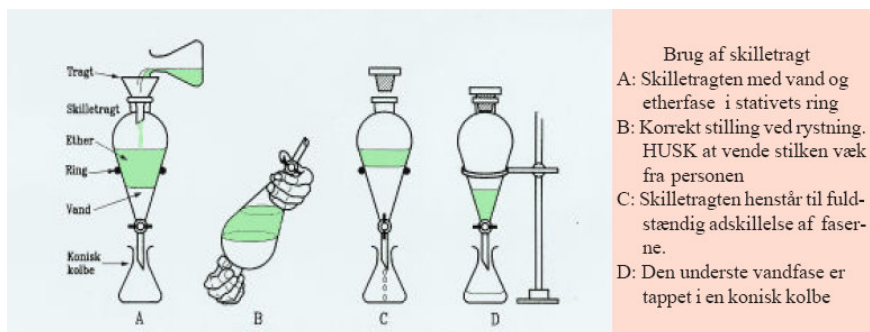
Syntese af methylsalicylat:

1. I en 100 mL rundbundet kolbe afvejes 9 g salicylsyre med 0,01g's nøjagtighed, og der tilsættes vha. måleglas 25,0 mL methanol.
Ryst kolben let, så salicylsyren opløses.
2. Tilsæt forsigtigt 10 mL koncentreret svovlsyre i små portioner. Herved udfælder måske et hvidt stof. Det er uden betydning.
3. Lav en refluxopstilling som vist på figuren ved siden af. Tilsæt lidt pimpsten og opvarm med reflux ved svag varme i ca. ½ time.



Ekstraktion af methylsalicylat:

4. Afkøl blandingen til stuetemperatur og overfør denne til en 250 mL skilletragt. Skyl den rundbundede kolbe med ca. 25 mL dichlormethan og overfør også dette til skilletragten.



5. Hæld 20 mL demineraliseret vand i skilletragten. Ryst blandingen forsigtigt, hvorved methylsalicylat ekstraheres over i dichlormethanfasen. Husk udluftning undervejs! Tap den nederste fase (dichlormethan) af i et 100 mL bægerglas og gem dette.
6. Lav endnu en udrykning af vandfasen i skilletragten med yderligere 25 mL dichlormethan.
Aftap dichlormethanfasen og hæld den sammen med første aftapning.
Aftap vandfasen til et separat affaldsglas (250 mL bægerglas).

Oprensning af methylsalicylat:

7. Overfør den samlede dichlormethanfase til skilletragten igen og vask med 25 mL vand.
Aftap dichlormethanfasen, som indeholder den ønskede ester, methylsalicylat, til et rent bægerglas. Overfør vandfasen til den anden rest vandfase i affaldsglasset.

8. Overfør dichlormethanfasen til skilletragten igen og vask nu 2 gange med 25 mL 5% natriumcarbonatopløsning på samme måde som ovenfor. Natriumcarbonat vil reagere med rester af svovlsyre, vær omhyggelig med udluftning ved denne proces - hvorfor?



9. Gem hver gang den nederste organiske fase og smid vandfasen i affaldsglasset.
10. Tilsæt en teskefuld vandfrit magnesiumsulfat til dichlormethanfasen i bægerglasset, herved fjernes eventuelle rester af vand. Filtrer saltet fra over i et rent, afvejet 100 mL bægerglas.
11. Stil bægerglasset med opløsningen til frivillig inddampning i stinkskabet til næste kemitime - eller i et sandbad (40-45°C).

Identifikation af methylsalicylat:

12. Vej til sidst dit færdige produkt. Lugt til det, noter duften. Esteren analyseres ved at måle brydningsindeks og/eller densitet.
Esteren kan også analyseres hjælp af GC eller H-NMR, IR og MS spektroskopi.

Efterbehandling:

Ved at anvende svovlsyre som katalysator, udnytter vi, udover den katalytiske virkning, også at svovlsyre siges at være vandsugende. Forklar hvilken indflydelse dette har på syntesen.

Forklar hvilken indflydelse det har på syntesen, at der bruges overskud af alkoholen.

I estersyntesen koges blandingen af alkohol, carboxylsyre og syrekatalysatoren under reflux. Forklar hvorfor det er hensigtsmæssigt at opvarme reaktionsblandingen.

Forklar at dichlormethan er velegnet til ekstraktion af esteren.

Forklar formålet med de forskellige trin i oprensningen af methylsalicylat. Dette kan med fordel gøres i rapporten samtidigt med beskrivelsen af disse.

Beregn det teoretiske udbytte af esteren ud fra de afvejede mængder af salicylsyre og methanol.

Har du fremstillet det ønskede stof? - og er stoffet rent?