

Skrevet av: T. Alexander Lystad, 3AFC
Utført av: T. Alexander Lystad, 3AFC

Skrevet: 15.10.04
Utført: 05.09.04

Fag: 3KJ

IV – Fra salisylsyre til acetylsalisylsyre

Hensikt

- Hvordan kan man syntetisere esteren acetylsalisylsyre fra salisylsyre?
- Hvordan kan man teste produktet for å se om det er forurenset av ureagert salisylsyre?

Utstyr

- Vekt
- Kokeplate
- Hirschtrakt med tilpasset filterpapir
- Vannstrålepumpe
- Reagensglass
- Begerglass
- Dråpetellere
- Vannbad
- Termometer
- Glasstav
- Reagenser

Reagenser

Trivialnavn	Molekylformel	Systematisk navn
salisylsyre	$C_6H_4(OH)COOH$	2-hydroksybenzosyre
eddiksyreanhydrid	$C_7H_6O_3$	
acetylsalisylsyre	$C_9H_{10}O_2$	
konsentrert svovelsyre	H_2SO_4	
alkohol / sprit	C_2H_5OH	etanol
jern(III)nitratløsning	$Fe(NO_3)_3$	

Sikkerhetsanmerkninger

Vi bruker vannbad ved oppvarmingen av salisylsyren. Vannbad betyr mindre sjanse for støtkoking. Flaskene med svovelsyre og eddikanhydrid lot vi stå i avtrekk da korkene går mye av og på, og dampene, særlig av eddikanhydridet, er skadelig ved innånding. Svovelsyren etser sterkt, som er den viktigste grunnen til at vi bruker frakk, briller og hansker.

Fremgangsmåte

Jeg veide ut 1,01 g salisylsyre på et filterpapir og overførte det til et tørt reagensglass. Jeg tilsatte 1,5 mL eddiksyreanhydrid ved å bruke en merket dråpeteller som satt på kjemikalieflasken. Jeg tilsatte også en dråpe konsentrert svovelsyre. Så satte jeg reagensglasset i vannbad ved ca. 60°C i omtrent 15 minutter. Jeg beveget glasset de første minuttene slik at salisylsyren løste seg. Etter 15 minutter kjølte jeg reagensglasset i isvann noen minutter slik at acetylsalisylsyren ble felt ut. Jeg tilsatte 10 mL vann og fortsatte avkjølingen mens jeg rørte forsiktig med en glasstav. Jeg isolerte bunnfallet ved sugefiltrering på Hirsch-trakten. Jeg vasket acetylsalisylsyren på filteret ved å tilsette ca. 2 mL vann dråpevis. Jeg overførte så acetylsalisylsyren til et lite begerglass.

Jeg omkrystalliserte acetylsalisylsyren ved å tilsette 3 mL etanol og å varme blandingen på en kokeplate. I et annet begerglass varmet jeg opp ca 8 mL vann til ca 75°C. Jeg helte vannet opp i etanoløsningen, og satte glasset til avkjøling.

Da krystalliseringen var ferdig veide jeg stoffet og overførte litt av acetylsalisylsyren i ett reagensrør og litt salisylsyre i ett annet. Jeg tok nok etanol i begge reagensglassene til at stoffet løste seg. Så dryppet jeg noen dråper jern(III)nitratløsning i begge reagensglassene.

Resultater

Jeg fikk ut 0,93g nesten ren salisylsyre.

Når jeg dryppet jern(III)nitratløsning i salisylsyreløsningen, fikk jeg en sterk lilla farge.

Når jeg dryppet jern(III)nitratløsning i acetylsalisylsyreløsningen, fikk jeg en svak lilla farge.

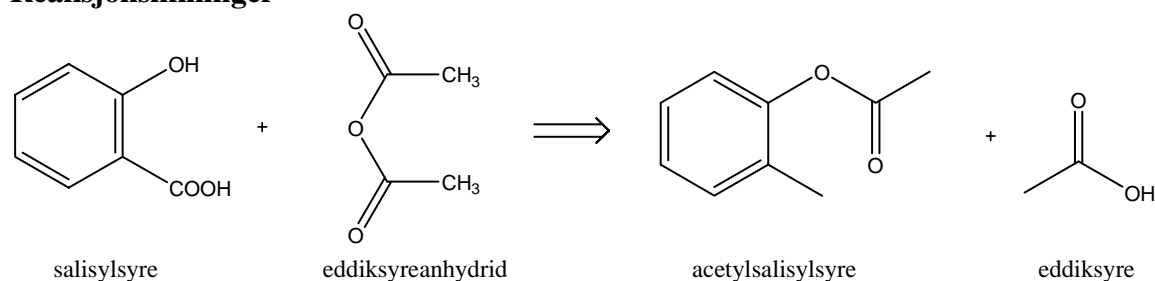
Det betyr at det er litt salisylsyre i acetylsalisylsyreløsningen, men at den er ganske ren.

(Fenoler gir lilla farge med jern(III)-ioner)

Teori

Omkrystalliseringen er en separasjonsmetode. Vi får utkrystallisert fast acetylsalisylsyre. Det kan vi filtrere i en Hirschtrakt med vannstrålepumpe.

Reaksjonslikninger



To større molekyler reagerer og spalter av et mindre molekyl. Dette er en kondensasjonsreaksjon.

Konklusjon

$$n_{\text{salisylsyre}} = \frac{m}{M_m} = \frac{1,01\text{g}}{138,03 \frac{\text{g}}{\text{mol}}} = 0,00732\text{mol}$$

$$n_{\text{teoretisk acetylsalisylsyre}} = n_{\text{salisylsyre}} = 0,00732\text{mol}$$

$$n_{\text{faktisk acetylsalisylsyre}} = \frac{m}{M_m} = \frac{0,93\text{g}}{150,07 \frac{\text{g}}{\text{mol}}} = 0,00620\text{mol}$$

$$\%_{\text{utbytte}} = \frac{n_{\text{faktisk}}}{n_{\text{teoretisk}}} \cdot 100\% = \frac{0,00620}{0,00732} \cdot 100\% = 84,70\%$$

Feilkilder

I dette forsøket mister vi mye stoff på veien. Vi overfører stoff fra en beholder til en annen 6 ganger i dette forsøket. Ved hver overføring mister vi stoff. Dette er en stor feilkilde. Ved den andre veiingen har vi ikke ren acetylsalisylsyre. Det kan inneholde litt etanol, vann, salisylsyre, svovelsyre eller eddikanhydrid.

Foruresning av stoffene før oppmåling, under, eller etter kan forstyrre eller ødelegge resultatet vi er ute etter. Vi må være påpasselige med å bruke samme dråpeteller i samme flaske, eller bruke en ren en. Vi prøver også å miste så lite stoff som mulig ved hver overføring.