

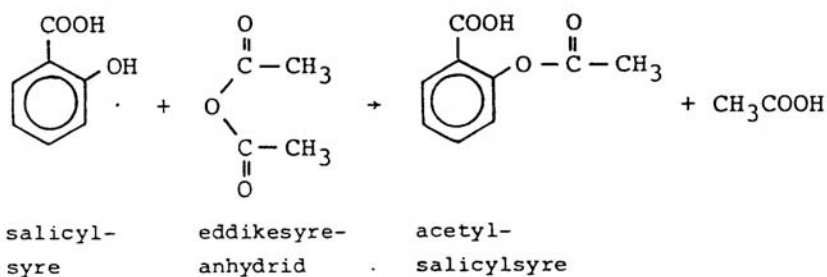
Øvelse A1

**Fremstilling af
acetylsalicylsyre**

Apparatur: Vægt. To koniske kolber, 250 mL. Måle-
glas, 25 mL. Dråbepipette. Bægerglas, 1 L (til
vand- og isbad). Kogeplade. Termometer. Spatel.
Udstyr til sugefiltrering. Filtrepapir. Smelte-
punktsapparat. Smeltepunktsrør. Morter med pistil.
Porcelænsskål. Is.

Kemikalier: Salicylsyre. Eddikesyreanhydrid. Konc.
svovlsyre. Ethanol. NaHCO_3 .

Acetylsalicylsyre fremstilles ved reaktion mellem
salicylsyre og eddikesyreanhydrid:



Eksperimentelt

Bland 10,0 g salicylsyre og 15 mL eddikesyreanhy-
drid i en tør 250 mL konisk kolbe. Tilsæt forsig-
tigt ca. 5 dråber konc. svovlsyre (katalysator).
Kolben skal stå i ca. 60 grader varmt vand i et

kvarter. Omryst kolben undervejs, så salicylsyren efterhånden opløses i væsken (det kan ske, at den dannede acetylsalicylsyre begynder at fælde ud).

Efter et kvarter køles kolben grundigt i isvand, indtil der sker udbredt krystallisation. Man kan hjælpe krystallisationen i gang ved at skrabe med en spatel mod den indvendige kolbevæg.

Tilsæt 100 mL vand. Fortsæt afkølingen i isvandet i nogle minutter under grundig omrøring med spatel. Derefter isoleres bundfaldet ved sugefiltrering. Stoffet vaskes på filteret med vand.

Et par spatelfulde af dette råprodukt tages fra og lægges til tørre (skal bruges i øvelse A2).

Resten af råproduktet renses ved omkrystallisation. Opløs stoffet i ca. 30 mL ethanol i en 250 mL kolbe ved opvarmning på kogeplade. I en anden kolbe opvarmes 80 mL vand til ca. 75°C. Hæld det varme vand over i kolben med ethanolopløsningen. Hvis blandingen bliver uklar, opvarmes den, så man får en klar opløsning.

Derefter skal opløsningen afkøles for at få acetylsalicylsyren til at krystallisere. Meget langsom afkøling giver den bedste krystallisation. Det nemmeste er at sætte kolben i køleskab natten over. Alternativt kan man lade kolben afkøle frivilligt til stuetemperatur, hvorefter den henstilles i isvand.

Acetylsalicylsyren isoleres ved sugefiltrering. Vask stoffet på filteret med vand. Sørg for at suge vandet effektivt fra, hvorefter stoffet breddes ud i en skål og står til tørre natten over.

Bestem udbyttet ved at veje det tørre stof. Opbevar stoffet i en beholder med tætsluttende låg.

Udbytte	Procentisk udbytte	Smeltepunkt

Mål stoffets smeltepunkt. Læreren demonstrerer, hvordan man bruger skolens smeltepunktsapparat.

Lidt af det tørre reaktionsprodukt anvendes til

at lave brusepulver. Bland 500 mg af stoffet med 1300 mg NaHCO_3 i en morter, jævnfør fig. 23 side 116. Stofferne blandes og findeles meget grundigt med pistillen, hvorefter der tilsættes lidt vand. Iagttag brusevirkningen. Prøv også at lægge øret til morteren for at høre gasudviklingen.

Efterbehandling

1. Beregn stofmængderne af salicylsyre og eddikesyreanhydrid (find eddikesyreanhydrids densitet i en databog).
Er der anvendt ækvivalente mængder?
2. Beregn det teoretiske udbytte af acetylsalicylsyre og udregn derefter det procentiske udbytte, dvs. det opnåede udbytte i procent af det teoretiske udbytte.
Kommentér udbyttets størrelse.
3. Prøv at slå stoffets smeltepunkt op i forskellige tabelværker.
4. Skriv reaktionsskemaet for den kemiske reaktion, som giver brusevirkningen.

Smeltepunktet for acetylsalicylsyre giver anledning til en kommentar. Man kan finde tabelværdier mellem 135°C og 143°C . Den store variation hænger formentlig sammen med, at stoffet har flere forskellige krystalformer med forskellige smeltepunkter. Derfor kan man også komme ud for, at smeltepunktet afhænger af opvarmningshastigheden.

Normalt kan man anvende et stofs smeltepunkt som renhedskriterium. Et urent stofs smeltepunkt ligger under tabelværdien. På grund af de nævnte forhold er smeltepunktet ikke noget godt kriterium for renhedsgraden af acetylsalicylsyre.

På næste side en hjælpeside, som kan benyttes til at lave udregningerne på:

Hjælpeark til efterbehandling af "Fremstilling af acetylsalicylsyre"

- 1) Beregn stofmængden af salicylsyre (slå molarmasserne op i Databogen) :

- 2) Beregn stofmængden af eddikesyreanhydrid. Slå densiteten af eddikesyreanhydrid op i databogen.

- 3) Find den begrænsende faktor og beregn den teoretiske stofmængde af dannet acetylsalicylsyre:

- 4) Beregn det teoretiske udbytte af acetylsalicylsyre i gram og beregn derefter det procentiske udbytte. Kommenter resultatet.

- 5) Slå smeltepunktet op i fx databogen. Kommenter din smeltepunkts bestemmelse.

- 6) Skriv reaktionsskemaet for den kemiske reaktion, der giver brusevirkningen.