

آزمایشگاه شیمی آلی ۱

گزارش کار آزمایش شماره ۶

«سنتز اسید بنزویک از متیل بنزوات»

محمد رضا مهدیه و رضا چائیچی مسنعلی ده

تاریخ آزمایش: ۱۳۹۱/۸/۲۹

تاریخ تحویل گزارش کار: ۱۳۹۰/۹/۱۳

استاد: جناب آقای شکرالهی و جناب آقای زالی

هدف آزمایش:

سنتز اسید بنزوئیک از متیل بنزوات

تئوری آزمایش:

بنزوئیک اسید، $(\text{C}_6\text{H}_5\text{COOH})$ ، یک ترکیب بلوری بی رنگ (سفید دیده می شود) است. بنزوئیک اسید ساده ترین کربوکسیلیک اسید آروماتیک نیز می باشد. این ماده یک اسید ضعیف محسوب می شود. از نمک های آن به عنوان نگهدارنده های غذایی استفاده می شود، همچنین در ساخت بسیاری از ترکیبات آلی دیگر از بنزوئیک اسید استفاده می شود.

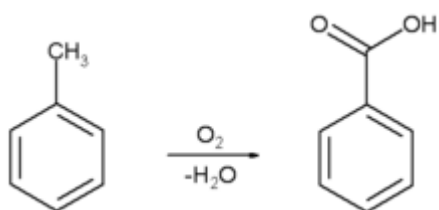
تاریخچه

بنزوئیک اسید در قرن شانزدهم میلادی کشف شد. اولین بار شخصی به نام Nostradamus از تقطیر خشک ماده ای سنتی به نام gum benzoin بدست آورد. در سال ۱۸۷۵ شخصی به نام Salkowski نیز پی به خواص ضد قارچ بنزوئیک اسید برد.

روشهای تهیه

روش تجاری

یکی از روشهای تجاری ساخت بنزوئیک اسید، اکسایش جزئی تولوئن با گاز $[\text{اکسیژن}]$ در مجاورت کاتالیزور کبالت یا مگنیز نفتنات است که با بازده بالا و رعایت اصول محیط زیستی (شیمی سبز) انجام می شود که تصویر واکنش مربوطه را در زیر می بینید:



روش آزمایشگاهی

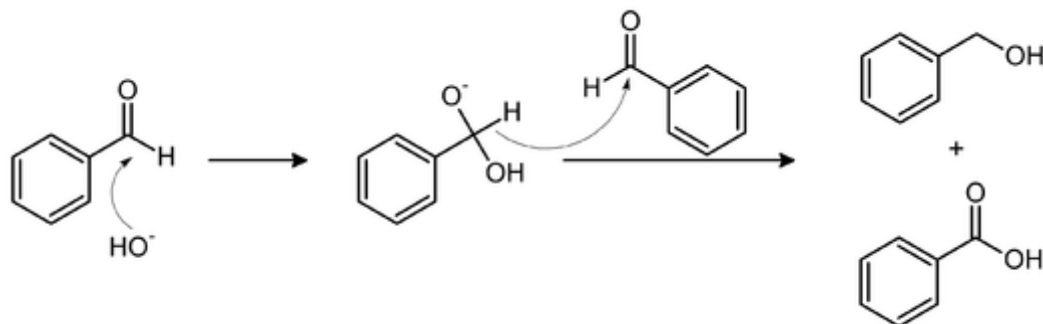
بنزوئیک اسید ماده ارزان قیمت و در دسترسی است، در نتیجه در صورت نیاز به آن لازم نیست زحمت سنتز آن را متقبل شویم و فقط کافی است نمونه تجاری آن را خریداری کرده و متناسب با کارمان آن را خالص سازی کنیم. که برای اینکار استفاده از روش تبلور مجدد با دو حلال با حلال های اتانول و آب بسیار مناسب می باشد. ولی در هر صورت می توان آن را به روش های زیر نیز سنتز کرد:

با هیدرولیز

از هیدرولیز بنزونیتریل، بنزآمید در محیط های اسیدی و یا بازی شدید می توان بنزوئیک اسید یا آنیون آن را بدست آورد

از بنزالدهید

همچنین می‌توان با استفاده از واکنش کانیزارو ی تقاطعی بنزوئیک اسید را از بنزالدهید ساخت که واکنش مربوط به آن را در زیر می‌بینید:



از بنزیل الکل

همچنین می‌توان از اکسایش بنزیل الکل در حضور محلول پتاسیم پرمنگنات داغ نیز استفاده کرد. در این روش بلافاصله بعد از واکنش باید محلول در حالت داغ فیلتر شود تا منگنز دی اکسید تشکیل شده جدا شود و سپس محلول به حال خود رها می‌شود تا بلورهای بنزوئیک اسید تشکیل شود.

مصارف

به عنوان خوراک واحدهای صنعتی

برای تهیه بنزیل کلرید

بنزیل کلرید ($\text{COCl}_2\text{H}_5\text{C}$) از واکنش تیونیل کلرید (یا پنتاکلرید فسفر یا تری کلرید فسفر یا فسژن) با بنزوئیک اسید به دست می‌آید. با استفاده از بنزیل کلرید می‌توان بسیاری از مشتقات بنزوئیک اسید را ساخت از جمله بنزیل بنزوآت که یک طعم دهنده مصنوعی می‌باشد.

برای تهیه فنول

فنول ($\text{OH}_5\text{H}_5\text{C}$) از کربوکسیل زدایی همراه با اکسایش در دمای 300°C الی 400°C بدست می‌آید. البته این فرایند می‌تواند در حضور کاتالیزور نمک کبالت II در 200°C هم انجام پذیرد. فنول (Phenol) نیز استفاده‌های بسیاری دارد، که مهمترین آنها تبدیل فنول به سیکلوهگزانول می‌باشد که سرآغازی برای تولید نایلون است.

و برای ساخت بسیاری مواد دیگر

نگهدارنده غذا

بنزوئیک اسید و نمک‌هایش به عنوان نگهدارنده غذا مصرف دارند که به نام‌های $\text{E}211$ ، $\text{E}212$ ، $\text{E}213$ و $\text{E}214$ شناخته می‌شوند. هر کدام از این نمک‌ها از واکنش مستقیم یا واکنش با نمک‌های سدیم، پتاسیم یا کلسیم تهیه می‌شوند.

در اصل بنزوئیک اسید از رشد قارچها، مخمرها و بعضی باکتریها جلوگیری می‌کند. نحوه اثر بنزوئیک اسید اینگونه‌است که در ابتدا بنزوئیک اسید جذب سلول می‌شود، اگر pH درون سلولی به 5 یا کمتر تغییر کند، تخمیر ناهوازی گلوکز از طریق Phosphofructokinase به میزان ۹۵٪ کاهش می‌یابد و این خود باعث نابودی آنها می‌شود. مقدار معمول استفاده از بنزوئیک اسید و نمک‌هایش به عنوان نگه دارنده بین ۰.۰۵٪-۰.۱٪ می‌باشد. البته در بعضی غذاها باید از سطوح بالاتری از بنزوئیک اسید استفاده شود که مقادیر ماکسیمم آن در قوانین بین المللی غذا موجود است. البته نگرانی‌هایی وجود دارد مبنی بر اینکه بنزوئیک اسید با آسکوربیک اسید (ویتامین C) موجود در نوشابه‌ها واکنش داده و مقادیر بسیار کم (ولی در دراز مدت خطرناک) بنزن تولید می‌شود.

اسید بنزوئیک جزئی از پماد Whitfield است که برای درمان بیماری‌های قارچی پوست و مو استفاده می‌شود.

خطرات بنزوئیک اسید

بنزوئیک اسید یک محرک پوست و چشم است. پس باید از تماس آن با پوست و چشم احتراز شود.

وسایل مورد نیاز

سدیم هیدروکسید، ۱- پروپانول، متیل بنزوآت، چراغ بونزن، گیره، کندانسور، اسید کلریک.

روش انجام آزمایش

ابتدا دستگاه رفلکس بسته شد و در بالون زیر آن ۳ میلی لیتر متیل بنزوآت و ۸ میلی لیتر و ۶ میلی لیتر سدیم هیدروکسید ۲۰٪. سپس به مدت یک ربع جوشانده شد. پس از آن به بشر انتقال داده شد و تحت کنترل های دمایی قطره قطره اسید کلریک در اضافه شد. پس از آن رسوب جدا گردید و پس از چند روز وزن آن بدست آورده شد.

محاسبات

مقدار تئوری:

$$3 \text{ gr me benz} \left(\frac{1 \text{ mol me benz}}{136 \text{ gr}} \right) \left(\frac{1 \text{ mol asid benz}}{1 \text{ mol me benz}} \right) \left(\frac{122 \text{ gr asid benz}}{1 \text{ mol}} \right) = 2.7 \text{ gr}$$

مقدار عملی: ۲,۵ gr

$$\text{راندمان} = \frac{2.5}{2.7} \times 100 = 92.5$$

منابع

(۱) کتاب شیمی آلی تجربی نوین جلد دوم - نویسندگان: گیلبرت - ردوالد - وینگرو - ترجمه: هوشنگ پیر الهی

(۲) کتاب شیمی آلی و عملی - مولفین: آقایان جلیلیان - وارسته مرادی - احمدی گلسفیدی