

Scheikunde PO

Synthese van propaan-1-ol met twee carbonzuren

Tijmen Massier & Bas Cornelissen - G6 Veldstra

11 februari 2018

Samenvatting

Door middel van een reactie tussen propaan-1-ol, ethaanzuur en methaanzuur hebben wij methylpropanoaat en ethylpropanoaat gesynthetiseerd. Wij hebben het rendement en de verhouding van beide synthesesreacties onder de toegepaste condities onderzocht. Uit ons onderzoek is gebleken dat de verhouding ethylpropanoaat:methylpropanoaat gelijk staat aan $7,486 \pm 0,236 : 1$. Uit ons onderzoek is ook gebleken dat het rendement van de syntheses $(53,72 \pm 1,69) \%$ is.

Onderzoeksvraag

In ons onderzoek analyseerden wij de synthese van methylpropanoaat en ethylpropanoaat. Wij hebben hiervoor de volgende onderzoeksvragen opgesteld:

- In welke verhouding komen deze esters als afzonderlijke producten voor in de uitgevoerde synthese?
- Wat is het rendement onder de toegepaste experimentele condities voor de synthese van beide esters?

Theorie

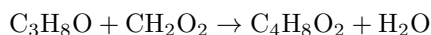
Estervorming

In ons experiment zullen wij de volgende drie beginstoffen in een rondbodempol laten reageren. We gebruiken van alle drie de stoffen een equimolaire hoeveelheid.

- Propaan-1-ol (C_3H_8O)
- Mierenzuur of Methaanzuur (CH_2O_2)
- Azijnzuur of Ethaanzuur (CH_3COOH)

Hierbij vinden twee verschillende synthesesreacties plaats:

1. Estervorming tussen propaan-1-ol en methaanzuur, wat methylpropanoaat en water oplevert:



Deze reactievergelijking is in structuurformules terug te vinden in figuur 2 op pagina 9.

2. Estervorming tussen propaan-1-ol en ethaanzuur, wat ethylpropanoaat en water oplevert:



Ook deze reactievergelijking is achterin terug te vinden. Bekijk figuur 3 op pagina 9.

Omdat we een equimolaire hoeveelheid propaan-1-ol, methaanzuur en ethaanzuur gebruiken en omdat de molverhouding primair-alcohol:carbonzuur in beide synthesesreacties 1 : 1 is, zal niet al het carbonzuur reageren. Hier is niet genoeg propaan-1-ol voor. Zie vraag 6.

Voor een precieze omschrijving over de reactiemechanismen van deze condensatiereactie verwijzen wij naar ons antwoord op vraag 1 (zie bijlagen). (*NOVA Scheikunde*, g.d.)

Reactiesnelheid

Synthesesreacties, waaronder ook de vorming van methylpropanoaat en ethylpropanoaat, zijn van nature niet erg snel. Wij zullen de reactiesnelheid van onze reactie op twee manieren verhogen:

1. Verwarmen van ons mengsel met behulp van een verwarmingsmantel/isomantel, waarbij gevormd gas in een refluxkoeler zal condenseren en terug zal druppelen in

onze rondbodemkolf. Voor een precieze omschrijving hierover verwijzen wij naar het antwoord op vraag 3, 4 en 11.

2. Toevoegen van een sterk zuur, zoals zwavelzuur, als katalysator. Zie vraag 2.

Zuivering

Zoals eerder vernoemd, zal niet al het carbonzuur reageren. Ook is de kans groot dat tijdens ons experiment verschillende ‘overbodige’ stoffen terecht komen in onze oplossing (denk aan kooksteentjes, de katalysator of aan water). Om restanten zuur en overige stoffen uit onze oplossing te verwijderen, zullen wij op twee manieren de oplossing filteren: (Scheikunde sectie, 2018)

1. Scheiding van overgebleven zuren en overige stoffen met behulp van een scheitrechter. Hierbij voegen wij een hoeveelheid demi-water toe aan onze oplossing en laten wij onze oplossing bezinken. Zie vraag 7.
2. Scheiding van overgebleven zuren met behulp van een reactie tussen de carbonzuren en natriumcarbonaat. Zie vraag 8.
3. Scheiding van het overgebleven water met behulp van een reactie tussen het water en magnesiumsulfaat. Zie vraag 9.

Kwalitatieve analyse

Wij zullen onze eindproducten analyseren met behulp van een gaschromatograaf. In deze gaschromatograaf zullen wij twee verschillende pieken, voor beide esters een piek, waarnemen. Omdat methylpropanoaat een lagere molaire massa heeft dan ethylpropanoaat, zal de retentietijd van methylpropanoaat korter zijn. Met dit gegeven en met de aanname dat de piekverhouding even groot zal zijn als de molverhouding (zie discussie), zullen wij de molverhouding kunnen berekenen op de volgende manier: ethylpropanoaat : methylpropanoaat = hoogste-retentietijd-piekoppervlakte : laagste-retentietijd-piekoppervlakte

Ook zullen wij het rendement kunnen berekenen. Met behulp van de massa van eindproduct en met behulp van de molverhouding kunnen wij berekenen hoeveel mol van beide esters is gevormd. Door deze waardes bij elkaar op te tellen en te delen door het begin-aantal mol propaan-1-ol kunnen wij het rendement van onze reactie berekenen. (*NOVA Scheikunde*, g.d.)(Wikipedia-bijdragers, 2017b)

¹De berekening van deze hoeveelheden is terug te vinden in Berekeningen: Equimolair.

Experiment

Wij hebben ons experiment opgedeeld in vier fases. In fase 1, reactie en bereiding bespreken we hoe we onze zuren en alcoholen hebben laten reageren. Fase 2, scheiding en zuivering, gaat over het scheiden van de esters en de reststoffen. Tenslotten beschrijven we in fase 3 & 4 (meten en wegen) hoe we onze eindproducten hebben gemeten.

Fase 1: Reactie en bereiding

Onze reactie heeft plaatsgevonden in een rondbodemkolf. Hierin hebben wij 15 mL propaan-1-ol gedaan. We hebben 7,565 mL methaanzuur en 11,475 mL ethaanzuur toegevoegd, zodat we een equimolair hadden.¹ Ook is er door ons 1 mL zwavelzuur als katalysator toegevoegd, samen met een schepje kooksteentjes.

De volgende stap was het bouwen van een refluxopstelling met een verwarmingsmantel (zoals omschreven in vraag 4). De rondbodemkolf met daarin het reactiemengsel hebben we daarna verwarmd, waardoor het reactiemengsel ging koken. Door de refluxopstelling druppelde onze reactiestoffen weer terug in de rondbodemkolf. Wij hebben de verwarmingsmantel zo'n 30 minuten aan laten staan en daarna hebben we onze rondbodemkolf met onze reactiestoffen erin nog 10 minuten laten afkoelen.

Fase 2: Scheiding en zuivering

Nadat onze stoffen waren afgekoeld, hebben we eerst de bijproducten en een groot deel van het overgebleven zuur uit het reactiemengsel gefilterd. Hiervoor hebben we gebruik gemaakt van een scheitrechter-opstelling (zoals omschreven in vraag 7 en 8 en circa 100 mL demi-water. We mengden 30 mL van onze afgekoelde reactiestoffen met 100 mL demi-water, we schudden de inhoud, we lieten dit mengsel even bezinken, we vingden de waterige fase op en herhaalden dit proces drie keer.

Na de derde keer de waterige fase te hebben opgevangen, hebben wij de overgebleven inhoud van de scheitrechter gemengd met een oplossing van circa 6 gram natriumcarbonaat. Het hierdoor gevormde koolstofdioxide lieten we steeds ontsnappen. Toen er geen gas meer ontsnapte, lieten we de inhoud even bezinken en vingden we de waterige fase weer op, waardoor de laatste restjes van ons reactiemengsel werd gescheiden.

Tenslotte hebben we nog 1 gram magnesiumsulfaat toegevoegd aan het mengsel. Dit zal ‘samenklonteren’ met water (zoals omschreven in vraag 9) waardoor wij al het ongewenste, overgebleven water uit onze reactiestoffen kunnen filteren.

Fase 3: Meten en wegen

Na het wegfilteren van alle bijproducten uit onze reactiemengsel, hebben wij onze reactiestoffen kwantitatief geanalyseerd. Eerst hebben we onze reactiestoffen gewogen. Vervolgens hebben we een gaschromatograaf gebruikt, zodat we de verhouding tussen de twee esters konden vaststellen.

Resultaten

Ons eindproduct woog 10,86 gram en de resultaten van de gaschromatograaf zijn te zien in figuur 4 op pagina 9. In dit figuur zien wij de retentietijd afgezet tegen het signaal. Wij zien dus hoeveel stof per tijdseenheid is gemeten door de gaschromatograaf. Ook zien wij duidelijk twee pieken, één piek voor methylpropanoaat, de andere piek voor ethylpropanoaat. Zoals besproken in de theorie zal de piek met de laagste retentietijd (de meest linker piek) behoren tot methylpropanoaat, hierdoor behoort de piek met de hoogste retentietijd (de meest rechter piek) tot ethylpropanoaat. In de appendix bij ‘berekeningen’ (zie pagina 7) berekenen wij de molverhouding en rendement van onze esters.

Discussie

Hoewel wij hebben geprobeerd om ons onderzoek zo betrouwbaar mogelijk uit te voeren zijn er nog wel enkele punten die de betrouwbaarheid van ons onderzoek beïnvloed kunnen hebben:

- De zuren die we hebben gebruikt waren niet volledig zuiver. Ook hebben we niet precies 6 g soda toegevoegd bij het zuiveren. De kans dat dit gevolgen heeft gehad op onze resultaten is echter klein, omdat wij van deze stoffen een ruime overmaat hebben gebruikt.
- In het begin hebben we de verwarmingsmantel iets te hard gezet waardoor ons reactiemengsel te hard ging koken. Hierdoor kan een significant deel van ons reactiemengsel toch ontsnapt zijn (zoals omschreven in vraag 11).

- Het kraantje van onze scheitrechter deed het niet goed. Daarom hebben wij na de eerste keer mengen een andere scheitrechter gepakt. Dit heeft ons onderzoek nadelig kunnen beïnvloeden vanwege het gevaar van stoffen die achterblijven.
- We hebben aangenomen dat de piekverhouding gelijk is aan de molverhouding, maar het was beter geweest als we apart hadden vastgesteld wat de verhouding was tussen beide verhoudingen.
- De relatieve foutenmarge was 0,0315 (Zie Berekeningen: Meetonzekerheid voor de berekening hiervan). Door deze foutenmarge te vermenigvuldigen met de gevonden waarden voor de verhoudingen en het rendement krijgen wij de absolute meetonzekerheden: De meetonzekerheid van de verhouding is 0,236 en de meetonzekerheid van het door ons berekende rendement is 1,69 %. Deze foutenmarges zijn laag genoeg voor een scheikunde practicum (voor medische doeleinden zou het niet laag genoeg zijn)

Conclusie

De verhouding ethylpropanoaat : methylpropanoaat staat gelijk aan $7,486 \pm 0,236 : 1$ in ons eindproduct. Het rendement van de vorming van beide esters is $(53,72 \pm 1,69) \%$. Voor de berekeningen van deze getallen verwijzen wij naar de bijlagen en de resultaten.

Bibliografie

- ir. R.E.A. Bouwens, drs. P.A.M. de Groot, drs. W. Kranendonk, ir. J.P. van Lune, drs. C.M. Prop - van den Berg, van Riswick, J., & drs. J.J. Westra (Red.). (2013). *BiNaS*. Groningen/Houten, Nederland: Noordhoff Uitgevers bv.
- NOVA Scheikunde* (1ste ed.). (g.d.). ‘s-Hertogenbosch: Malmberg.
- Scheikunde sectie. (2018, januari 10). *PO II (631 Ester synthese & GC analyse G6 2017-18*.

Internetbronnen

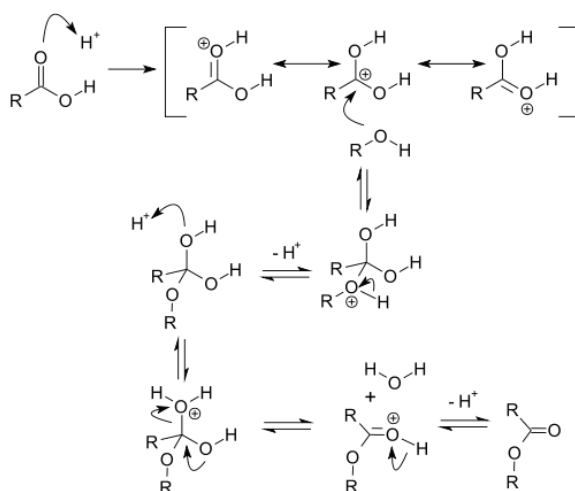
- Wikipedia-bijdragers. (2017a, november 29). *Opbrengst (scheikunde)*. Wikipedia, de vrije encyclopedie. Verkregen 1 februari 2018, van <https://nl.wikipedia.org/w/index.php?>

Bijlagen

Antwoorden op de vragen

1. Leg uit welk reactiemechanisme voorkomt bij estervorming

Bij estervorming wordt gebruik gemaakt van een (nucleofiele acyl-)substitutiereactie. Deze reactie (ook wel Fischer-verestering genoemd) wordt onderverdeeld in twee fases. In Fase 1 bindt een proton aan de zuurstofgroep waardoor twee hydroxygroepen aan het begin-koolstofatoom zijn gebonden. De dubbele binding in de 'originele' hydroxygroep (OH) zal variëren. Met de variant waarbij het begin-koolstofatoom elektrofiel is zal het alcohol reageren waardoor het begin-koolstofatoom niet meer elektrofiel is. Door deze toevoeging zal het zuurstof in de alcohol wel elektrofiel zijn, waardoor een proton zal loskomen van het elektrofiel zuurstofatoom. In Fase 2 bindt een proton aan een van de twee hydroxygroepen en laat het andere proton aan de andere hydroxygroep los van het begin-koolstofatoom. Hiervoor raakt H_2O los van het begin-koolstofatoom waarna een dubbele binding ontstaat. Estervorming is dus een nucleofiele acylsubstitutiereactie waarbij een zuur en een alcohol reageren tot een ester en water. Voor de specifieke estervorming van methaanzuur en ethaanzuur verwijzen wij naar figuur 2 en 3 op pagina 9. (Wikipedia-bijdragers, 2017b)



Figuur 1: De (nucleofiele acyl-)substitutiereactie

2. Leg uit hoe de katalysator het reactiemechanisme beïnvloed.

De katalysator zal, net als het verwarmen van ons reactievat, als reactiever sneller dienen. Als katalysator gebruiken wij een sterk zuur (zwavelzuur) zodat zowel Fase 1 als Fase 2 van de estervorming sneller zal plaatsvinden. Zoals we kunnen zien in de beschrijving van het reactiemechanisme, zal bij de estervorming in Fase 1 eerst een proton met het zuurstof binden, waarna het begin-koolstofatoom elektrofiel wordt. Dit proton zal worden geleverd door het toegevoegde sterke zuur. In Fase 2 zal een proton binden met een hydroxy-zijgroep zodat water kan vormen, het andere proton van de andere hydroxy-zijgroep kan hierdoor vrijkomen waarna de bekende dubbele binding met het zuurstof kan worden gevormd. Het proton dat eerst zal binden met de hydroxy-zijgroep waardoor water ontstaat, wordt geleverd door het

sterke zuur. Zowel na Fase 1 als na Fase 2 komt dus een proton weer vrij na de deel-reactie (in Fase 2 is dit vrijgekomen proton alleen niet hetzelfde proton als het geleverde proton, dit zal alleen niet uitmaken omdat ieder proton identiek is). Het toevoegen van een sterk zuur als katalysator werkt dus reactieversnellend, doordat deze katalysator een proton zal leveren die Fase 1 en Fase 2 van de estervorming in gang zetten.

3. Leg uit waar het refluxen van het reactiemengsel voor dient

Reacties bij organische synthese gaan meestal niet zo snel. Om de reactiesnelheid te verhogen zijn er meer effectieve botsingen nodig, met het verhogen van de temperatuur kan dit worden bereikt. Maar, veel organische stoffen hebben een laag kookpunt en zullen snel verdampen als ze worden verwarmd. Het simpelweg afsluiten van het reactievat gaat niet, omdat er dan te veel druk wordt opgebouwd. Om er voor te zorgen dat de stoffen niet ontsnappen bouwen wij daarom een refluxopstelling, waardoor de dampen weer condenseren en terug druppelen in het reactievat. (Wikipedia-bijdragers, 2017b)

4. Leg uit hoe een refluxkoeler werkt

De stoffen in het reactievat worden verwarmd en verdampen hierdoor. De dampen komen aan de onderkant de refluxkoeler, een glazen cilinder, binnen. Door de koeler stroomt continu vers leidingwater van beneden naar boven. Doordat op deze manier het koelwater continu wordt verversd blijft de koeler koud en koelen de dampen in de glazen cilinder af. De dampen die zijn ontstaan tijdens het experiment condenseren hierdoor tegen het glas van de koeler en druppelen weer terug het reactievat in. Ondertussen kan overtollige lucht wel ontsnappen, waardoor de druk in het reactievat niet te hoog oploopt. Op deze manier kunnen wij onze reactiestoffen wel verwarmen, maar zullen onze reactiestoffen niet ontstappen in de vorm van damp.

5. Wat is de dichtheid van de afzonderlijke stoffen in het reactiemengsel?

(a) **Maak een overzichtelijke tabel (evt. in Excel).**

Tabel 1: Dichtheid van de stoffen gebruikt in het experiment

Stof	Dichtheid in g cm ³
Azijnzuur	1,0492
Mierenzuur	1,220
Propaan-1-ol	0,8034
Ethylpropanoaat	0,89
Methylpropanoaat	0,92

(b) **Welk nut heeft deze informatie voor de uitvoering van de estersynthese?** We hebben de dichtheid nodig voor het uitrekenen van de hoeveelheid mL die we moeten toevoegen aan ons reactievat (Zie berekeningen) (Wikipedia-bijdragers, 2017b)

6. Leg uit waarom er een overmaat aan zuur (t.o.v. alcohol) wordt gebruikt. Had er ook een overmaat aan alcohol gebruikt kunnen worden?

Het propaan-1-ol zal met beide zuren reageren (twee reactievergelijkingen). Dus, een deel van de alcohol zal reageren met methaanzuur, een ander deel met ethaanzuur. Ook is de molverhouding alcohol:zuur in beide reacties 1:1. Dit betekent dat er evenveel mol propaan-1-ol als mol carbonzuur zal reageren. Een bepaald aantal mol van het propaan-1-ol zal reageren tot methylpropanoaat, een andere bepaald aantal mol zal reageren tot ethylpropanoaat. In ons onderzoek onderzoeken wij wat de verhouding tussen deze twee aantallen zal zijn, daarom kunnen wij van tevoren dus niet de ideale hoeveelheden carbonzuur in ons reactievat gooien, wij weten simpelweg de verhouding en dus de benodigde hoeveelheid niet. Wij moeten daarom rekening houden met alle mogelijke verhoudingen. Dit houdt dus in dat wij een equimolaire hoeveelheid methaanzuur aan onze reactie zullen toevoegen zodat al het propaan-1-ol zal kunnen reageren met methaanzuur, als alleen het methaanzuur reageert. Ook houdt dit

dus in dat wij een equimolaire hoeveelheid ethaanzuur aan onze reactie toevoegen zodat al het propaan-1-ol zou kunnen reageren met ethaanzuur, als blijkt dat alleen ethaanzuur zal reageren met propaan-1-ol. Daaorm voegen wij een equimolaire hoeveelheid ethaanzuur en methaanzuur toe aan ons alcohol. Andersom redeneren wordt lastiger: We gebruiken namelijk twee carbonzuren en maar één alcohol.

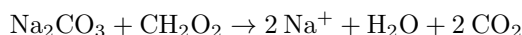
7. Leg uit hoe men de gevormde esters kan isoleren van de andere stoffen in het reactiemengsel

(zie Fase II over scheiding in ons experiment)

Scheitrechter - Zuren, alcoholen eo. Alle niet-gereageerde zuren (waaronder de katalysator) zullen worden geïsoleerd op twee manieren: Door ons reactiemengsel te laten bezinken met behulp van een scheitrechter en door het toevoegen van soda. De alcoholen die niet zijn gereageerd zullen alleen worden geïsoleerd met behulp van de scheitrechter. Overige stoffen (met uitzondering van water) zullen ook worden geïsoleerd met behulp van de scheitrechter (denk aan kooksteentjes voor de isomantel en dergelijke).

Dus, door onze reactieproducten te laten bezinken in een scheitrechter kunnen wij zowel veel niet-gereageerd zuur, als niet-gereageerd alcohol, als ongewenste reststoffen filteren. Dit doen wij door ± 100 mL demi-water aan onze reactiestoffen in een scheitrechter toe te voegen. Hierna laten wij de ongewenste zuren, alcoholen en reststoffen gedeeltelijk bezinken waarna de twee fases gescheiden kunnen worden. Door dit proces drie keer te herhalen zullen zowat alle ongewenste stoffen uit ons reactievat gefilterd zijn.

Soda - overige restanten zuur Soda of natriumcarbonaat (Na_2CO_3) zal met al het overgebleven zuur reageren tot natrium, water en koolstofdioxide:



Dit gevormde koolstofdioxide is een goede indicatie om te zien of al het zuur is verdwenen uit ons reactieproduct. Als er geen CO_2 meer ontsnapt is al het zuur uit onze reactie gefilterd. Het gevormde natrium zal met een molmassa van $22,99 \text{ g mol}^{-1}$ ons gaschromatografie niet beïnvloeden (het is simpelweg veel te licht en veel te weinig - De retentietijd zal te laag zijn en de piek zal niet opvallen).

Water Na het gebruiken van een scheitrechter, demi-water en natriumcarbonaat zullen onze reactieproducten nog veel H_2O bezitten. In tegenstelling tot het natrium zal het water wel een significante piek in onze gaschromatografie laten zien. Daarom zuiveren wij ook het water uit onze reactieproducten. Dit doen wij met behulp bezinking en menging met magnesiumsulfaat (MgSO_4): Water zal hieraan vastbinden en samenklonteren, waardoor het er makkelijk uit te filteren is.

8. Leg uit hoe men het mengsel van esters kan zuiveren van zuur- en alcoholresten
Zuurrestanten zullen worden gezuiverd met een scheitrechter en soda, zoals omschreven hierboven. Het zuiveren van overige restanten alcohol die niet zijn gereageerd zal worden gedaan met de scheitrechter, zoals omschreven hierboven.

9. Leg uit hoe men het mengsel van esters kan zuiveren van waterresten met minimaal verlies aan gewenst product

Waterrestanten zullen worden gezuiverd met behulp van magnesiumsulfaat, zoals omschreven hierboven.

10. Bereken het totale rendement, R (%), van de synthese. Welke informatie verschaft een GC-analyse van de organische laag en hoe kan men deze informatie gebruiken bij het berekenen van R (%)?

Voor de berekening van het rendement hebben wij eerst de molverhouding tussen beide gevormde esters berekend. Met behulp van het totaal aantal gram gevormde ester, de molaira massa's van de gevormde esters en het aantal mol alcohol hebben wij het totale rendement berekend. Voor deze berekeningen verwijzen wij naar 'berekeningen' op pagina 7.

11. **Leg uit waarom de temperatuur van de verwarmingsmantel niet te hoog mag worden.**

De verwarmingsmantel verwarmt onze reactiestoffen, waarna waarschijnlijk veel stof zal verdampen en ontsnappen. Om dit laatste op te lossen gebruiken wij een refluxopstelling die gevormde dampen afkoelt, condenseert en terug laat druppelen in ons reactievat. Zodra wij de temperatuur van onze verwarmingsmantel te hoog zetten, zullen de reactiestoffen sneller verdampen dan de refluxkoeler ze kan afkoelen. Dit houdt dus in dat de refluxkoeler niet al het ontsnapte damp terug zal laten druppelen als de verwarmingsmantel te hoog staat. Dus, wij moeten de temperatuur van onze verwarmingsmantel niet te hoog zetten zodat onze reactiestoffen met behulp van de refluxkoeler weer terug zullen druppelen in ons reactievat.

Extra toelichtingsmateriaal - Appendix

Berekeningen

Molaire massa

Tabel 2: Molaire massa van de gebruikte stoffen

Stof	Berekening	Molaire massa in g mol^{-1}
Propaan-1-ol	$\text{C}_3\text{H}_8\text{O}$ $3 \times 12,01 + 8 \times 1,008 + 1 \times 16,00 =$	60,094
Methaanzuur	CH_2O_2 $1 \times 12,01 + 2 \times 1,008 + 2 \times 16,00 =$	46,026
Ethaanzuur	CH_3COOH $2 \times 12,01 + 4 \times 1,008 + 2 \times 16,00 =$	60,052
Methylpropanoaat	$\text{C}_4\text{H}_8\text{O}_2$ $4 \times 12,01 + 8 \times 1,008 + 2 \times 16,00 =$	88,104
Ethylpropanoaat	$\text{C}_5\text{H}_{10}\text{O}_2$ $5 \times 12,01 + 10 \times 1,008 + 2 \times 16,00 =$	102,130

Equimolair

Eerst berekenen we hoeveel mol propaan-1-ol we gaan toevoegen. Hiervoor gebruiken we de dichtheid (tabel 1) en de molaire massa (tabel 2).

$$15 \text{ mL} \cdot 0,8034 \text{ g cm}^3 = 12,051 \text{ g}$$

$$12,051 \text{ g} / 60,094 \text{ g mol}^{-1} = 0,2005 \text{ mol}$$

Vervolgens bereken we de hoeveelheid mL die we moeten toevoegen aan de rondbodemkolf. (ir. R.E.A. Bouwens e.a., 2013)

Tabel 3: Berekening hoeveelheid toe te voegen volume

Stof	Berekening	Benodigde hoeveelheid in g
Methaanzuur	$0,2005 \cdot 46,03 =$	9,229
Ethaanzuur	$0,2005 \cdot 60,05 =$	12,040
Stof	Berekening	Benodigde hoeveelheid in mL
Methaanzuur	$9,229 / 1,220 =$	7,565
Ethaanzuur	$12,040 / 1,0492 =$	11,475

Piekoppervlakte en molverhouding

In de grafiek waarbij de response tegen de tijd is afgezet (zie figuur 4), zien wij duidelijk twee pieken. De eerste op het interval [1,10 min; 1,40 min] en de tweede op [1,80 min; 2,60 min]. De oppervlakte onder deze twee pieken kan benaderd worden met de volgende formule, waarin y_x de gemeten hoeveelheid mV is en waarin Δt de tijdstap is:

$$y_1 \Delta t + y_2 \Delta t + \dots + y_n \Delta t = \Delta t (y_1 + y_2 + \dots + y_n) = \Delta t \sum_{k=y_x}^n y_k$$

De tijdstap Δt is 0,005 min, de sommatie van de eerste, kleinere, piek is 12 591,553 mV en de sommatie van de tweede, grotere, piek is 94 257,813 mV. Dit betekent dat de piekoppervlakte van de eerste piek $12591,553 \cdot 0,005 = 62,958$ is. De piekoppervlakte van de tweede piek is $94257,813 \cdot 0,005 = 471,289$. Zoals besproken in de theorie, is de retentietijd van methylpropanoaat korter dan die van ethylpropanoaat en is de piekverhouding gelijk aan de molverhouding:

$$\frac{471,289}{62,958} = \frac{7,486}{1}$$

Dit betekent dat de verhouding tussen ethylpropanoaat en methylpropanoaat in het eindproduct gelijk staat aan 7,486 : 1.

Massaverhouding en mol per stof

7,5 mol ethylpropanoaat staat gelijk aan $102,13 \text{ g mol}^{-1} \cdot 7,5 \text{ mol} = 765,975 \text{ g}$. 1 mol methylpropanoaat staat gelijk aan 88,104 g. Dit betekent dat de massaverhouding *ethylpropanoaat* : *methylpropanoaat* gelijk staat aan 765,975 : 88,104. Uit onze weging is gebleken dat ons eindproduct 10,86 g weegt. De hoeveelheid gevormd ethylpropanoaat is dan als volgt uit te rekenen:

$$\frac{765,975}{765,975 + 88,104} \cdot 10,86 \text{ g} = 9,740 \text{ g}$$

De hoeveelheid gevormd methylpropanoaat is gelijkerwijs uit te rekenen:

$$\frac{88,104}{765,975 + 88,104} \cdot 10,86 \text{ g} = 1,120 \text{ g}$$

Dus tijdens onze reactie is $9,740 \text{ g} / 102,13 \text{ g mol}^{-1} = 0,095 \text{ mol}$ ethylpropanoaat gevormd. Ook is er $1,120 \text{ g} / 88,104 \text{ g mol}^{-1} = 0,0127 \text{ mol}$ methylpropanoaat gevormd.

Rendement

De feitelijke opbrengst van onze reactie is dus $0,0127 \text{ mol} + 0,095 \text{ mol} = 0,1077 \text{ mol}$ ester. Wij begonnen met 0,2005 mol propaan-1-ol en aangezien de molverhouding tussen *propaan-1-ol* : *gevormd ester* gelijk aan 1 : 1 is, is dit ook de theoretische opbrengst. Het rendement kunnen we dan verkrijgen door de feitelijke opbrengst te delen door de theoretische opbrengst (Wikipedia-bijdragers, 2017a):

$$\frac{0,1077 \text{ mol}}{0,2005 \text{ mol}} \cdot 100 \% = 53,72 \%$$

Meetonzekerheid

De meetonzekerheid kan worden berekend met behulp van het kwardratisch gemiddelde. Dit zijn alle onzekerheden:

Tabel 4: De meetonzekerheden

Meting	Gemeten waarde	Absolute foutenmarge	Relatieve foutenmarge
Hoeveelheid propaan-1-ol in maatcilinder	15 mL	0,4 mL	2,6 %
Zuiverheid pure propaan-1-ol ²	98 %	0,1 %	0,102 %
Weging eindproduct	10,86 g	0,02 g	0,2 %
Kwijtraken van producten tijdens scheiden	30 mL	0,5 mL	1,6 %
Gaschromatografie oppervlakte eerste piek	12 591,552 73 mV	$6 \times 10^{-5} \text{ mV}$	$5 \times 10^{-8} \%$
Gaschromatografie oppervlakte tweede piek	94 257,8125 mV	$1,6 \times 10^{-4} \text{ mV}$	$5 \times 10^{-8} \%$

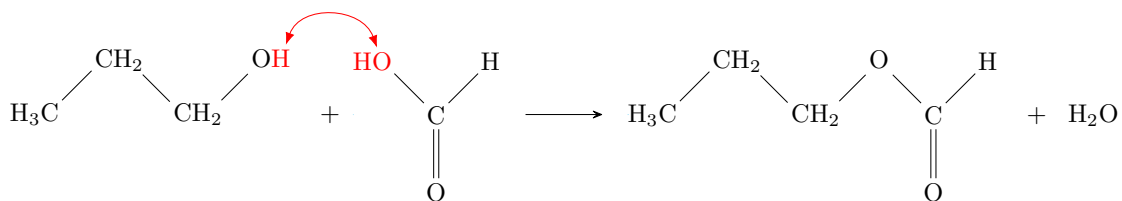
En dit is onze berekening voor het kwardratisch gemiddelde van onze meetonzekerheden

$$\sqrt{\left(\frac{0,4 \text{ mL}}{15 \text{ mL}}\right)^2 + \left(\frac{0,1\%}{98\%}\right)^2 + \left(\frac{0,02 \text{ g}}{10,86 \text{ g}}\right)^2 + \left(\frac{0,5 \text{ mL}}{30 \text{ mL}}\right)^2 + \left(\frac{6 \times 10^{-5} \text{ mV}}{2,591\,552\,73 \times 10^3 \text{ mV}}\right)^2 + \left(\frac{1,6 \times 10^{-4} \text{ mV}}{9,425\,781\,25 \times 10^4 \text{ mV}}\right)^2} = 0,0315$$

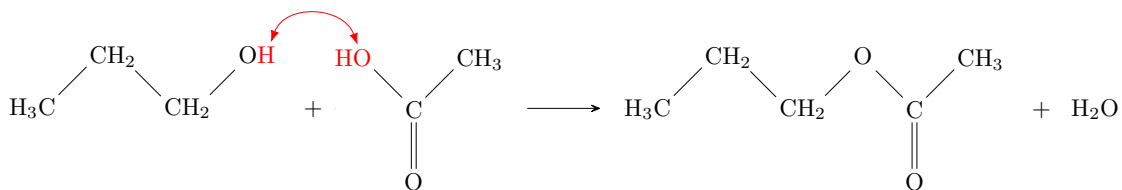
Dus onze relatieve foutenmarge is 0,0315.

²Omdat we een overmaat aan zuur gebruiken, hoeven we hiervan niet de foutenmarge berekenen. - zie discussie

Reactievergelijkingen in structuurformules

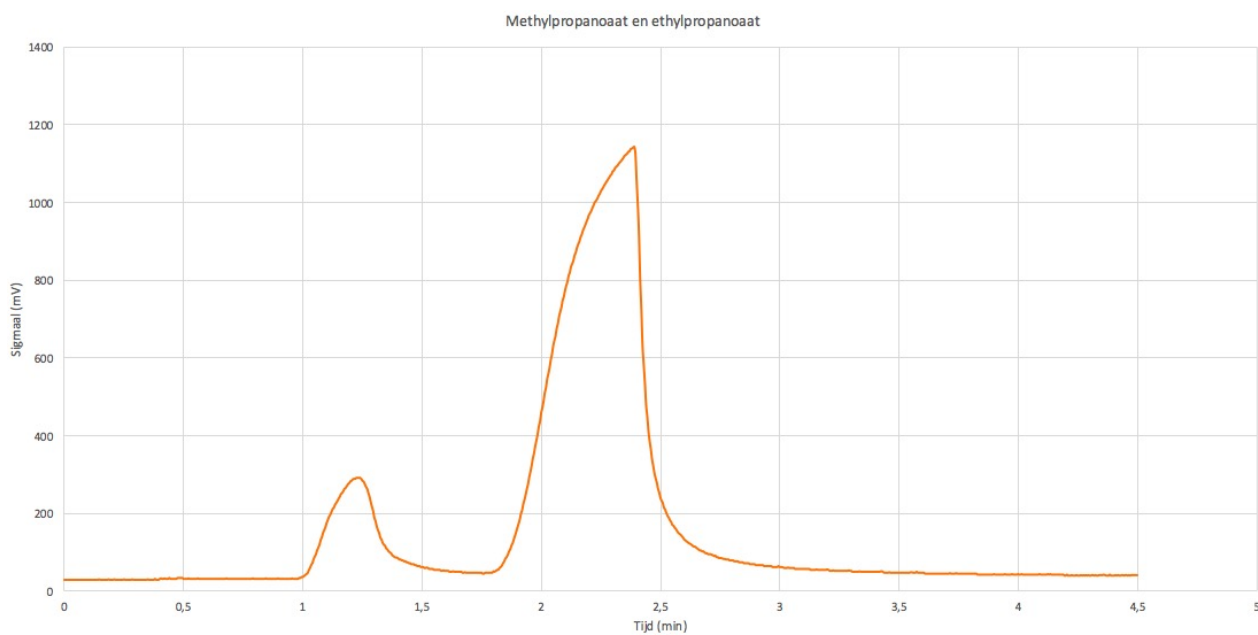


Figuur 2: Estervorming tussen propaan-1-ol en methaanzuur



Figuur 3: Estervorming tussen propaan-1-ol en ethaanzuur

Resultaat gaschromatografie



Figuur 4: Resultaten gaschromatograaf

Het excel-bestand met daarin alle response-waardes tegenover alle retentietijden is te vinden op:
<https://tinyurl.com/y7t6pe8u>