

Herstellung und Identifikation eines Essigsäureesters

Aufgabe

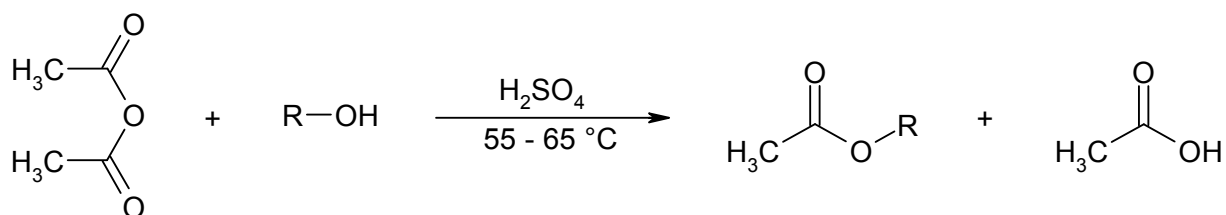
Herstellung eines Essigsäureesters durch die Umsetzung von Essigsäureanhydrid mit einem unbekanntem Alkohol.

Reinigung des Essigsäureesters mittels Destillation und Identifikation des Esters anhand der Kopftemperatur und des Brechungsindexes.

Verlangt werden:

- Synthese-Protokoll
- Rohprodukt in g und % (getrocknet)
- Reinprodukt in g und %
- Identifikation des Essigsäureesters anhand der Kopftemperatur und des Brechungsindexes
- Destillationsbilanz in g und %
- Reinprodukt abgefüllt und beschriftet (im gereinigtem Edukt-Fläschchen)

Reaktionsweg



Reagenzien

Essigsäureanhydrid (Fluka 45840)
unbekannter Alkohol (Reagenz R-OH-A03 oder R-OH-B03)
Schwefelsäure 98 % (Merck 748)
halbgesättigte NaCl-Lösung
Natriumcarbonatlösung w(Na₂CO₃) = 10 %
entionisiertes Wasser

Ansatz

0.5 mol	Essigsäureanhydrid
Gesamtmenge	unbekannter Alkohol (Reagenz R-OH-A03/B03)
0.2 mL	Schwefelsäure 98 %

Umsetzung / Aufarbeitung

In einer geeigneten Apparatur wird der Alkohol und die Schwefelsäure vorgelegt. Die Mischung wird auf 55 °C erwärmt und anschliessend das Essigsäureanhydrid innert 30 Minuten zugetropft. Die Innentemperatur muss während der Zugabe zwischen 55 – 65 °C sein (ev. kühlen). Nach beendeter Zugabe wird das Reaktionsgemisch eine Stunde rückflusiert.

Das auf Raumtemperatur abgekühlte Reaktionsgemisch wird einmal mit 100 mL halbgesättigter NaCl-Lösung und mit Natriumcarbonatlösung (15 mL Portionen, w(Na₂CO₃) = 10 %) bis zur vollständigen Neutralisation der Essigsäure gewaschen (starke CO₂-Entwicklung). Anschliessend wird noch zweimal mit je 25 mL entionisiertem Wasser nachgewaschen. Die organische Phase wird mit Natriumsulfat vollständig getrocknet.

Reinigung

Das getrocknete Rohprodukt wird mittels fraktionierter Destillation (ohne Kolonne) bei Normaldruck gereinigt.

Literatur-Daten (Fluka)

Tabelle 1: Auswahl Essigsäureester

Essigsäureester	Sdp. (1013 mbar)	n_D (20°C)
Essigsäure-methylester	56 - 58 °C	1.362
Essigsäure-ethylester	75 - 77 °C	1.373
Essigsäure-isopropylester	87 - 89 °C	1.377
Essigsäure-propylester	99 - 102 °C	1.387
Essigsäure-isobutylester	116 - 118 °C	1.390
Essigsäure-butylester	123 - 126 °C	1.394

Beispiel Destillationsapparatur



Expertenblatt

Arbeitszeit: 4.5 h

Edukte:

Reagenzien	Essigsäureanhydrid Fluka 45840 / purum	Reagenz (R-OH-A03) 2-Propanol / Isopropanol Fluka 59310 / purum	Reagenz (R-OH-B03) 1-Propanol / n-Propanol Fluka 82092 / purum
Molmasse (M_r)	102.10	60.10	60.10
0.5 mol	51.05 g	30.05	30.05
Siedepunkt	139 °C	80-83 °C	96-98 °C
Dichte (20°C)	1.081 g/cm ³	0.785 g/cm ³	0.804 g/cm ³
CH-Giftklasse	3	frei	4
Besonderes	ätzend, feuchtigkeitsempfindlich	reizend, leicht entzündlich	reizend, leicht entzündlich

Produkte:

Produkte	aus Reagenz (R-OH-A03) Essigsäure-isopropylester	aus Reagenz (R-OH-B03) Essigsäure-propylester
Molmasse (M_r)	102.10	102.10
Theo. Ausbeute (0.5 mol)	51.05 g (100 %)	51.05 g (100 %)
Siedepunkt	87 - 89 °C	99 - 102 °C
Dichte (20°C)	0.871 g/cm ³	0.887 g/cm ³
Brechungsindex (20°C)	1.377	1.387
CH-Giftklasse	5	5
Besonderes	reizend, leicht entzündlich	reizend, leicht entzündlich

Ansatz: 0.5 mol 51.05 g Essigsäureanhydrid
jeweils 30.1 g Alkohol abgefüllt -> 29.9 g = eingesetzte Menge

Theoretische Ausbeute (100%) 0.5 mol = 51.05 g Essigsäureester

Apparatur:

Umsetzung:

200 mL Reaktor (mind. 3-Hals); Innenthermometer, Rückflusskühler mit CaCl₂-Trocknungsrohr,
Tropftrichter mit Druckausgleichsrohr

Destillation (siehe Foto in der Aufgabe):

100 mL Destillationsblase (ev. 2-Hals mit Innenthermometer), und 50 mL Vorlagen

Umsetzung:

Rückfluss (1h): Produkt mit R-OH-A03

Bad-Temperatur: ca. 105 °C

Innen-Temperatur: 99 - 100 °C

Produkt mit R-OH-B03

ca. 115 °C

109 - 110 °C

Aufarbeitung:

Extraktionsverlauf	1 x 100 mL NaCl/H ₂ O	pH = 1 – 1.5
	1 x 15 mL Na ₂ CO ₃ -Lsg.	pH = 4.5
	2 x 15 mL Na ₂ CO ₃ -Lsg.	pH = 4.5 – 5
	3 x 15 mL Na ₂ CO ₃ -Lsg.	pH = 5 – 6
	4 x 15 mL Na ₂ CO ₃ -Lsg.	pH = 8.5 – 9.5

mind. 4 mal mit je 15 mL Na₂CO₃-Lsg. extrahieren (pH-Kontrolle) !

Rohprodukt (getrocknet):

42.0 bis 43.0 g = 82.3 bis 84.2 %

Destillationsbilanz:

	aus Reagenz (R-OH-A03) Essigsäure-isopropylester			aus Reagenz (R-OH-B03) Essigsäure-propylester		
	[g]	[%]	n _D (20°C)	[g]	[%]	n _D (20°C)
Einsatz	42.7	100	--	42.2	100	--
Fraktion 1 / Emulsion	11.7	27.4	o.Ph. 1.3775	7.5	17.8	o.Ph. 1.3840
Fraktion 2 / Emulsion	7.5	17.6	o.Ph. 1.3775	6.9	16.4	o.Ph. 1.3841
Fraktion 3 / klar, farblos	22.4	52.5	1.3774	26.8	63.5	1.3843
Rückstand	0.7	1.6	--	0.6	1.4	--
Verlust	0.4	0.9	--	0.4	0.9	--

o.Ph. = obere Phase

Reinprodukt (51.05 g = 100 %):

Essigsäure-isopropylester: 22.4 g = 43.9 % (Dest. Fraktion 3)

Essigsäure-propylester: 26.8 g = 52.5 % (Dest. Fraktion 3)

Identifikation:

Tabelle 1: Auswahl Essigsäureester

Essigsäureester	Sdp. (1013 mbar)	n _D (20 °C)	Dichte [g/ml] (20 °C)
Essigsäure-methylester	56 - 58 °C	1.362	0.934
Essigsäure-ethylester	75 - 77 °C	1.373	0.900
Essigsäure-isopropylester	87 - 89 °C	1.377	0.871
Essigsäure-propylester	99 - 102 °C	1.387	0.887
Essigsäure-isobutylester	116 - 118 °C	1.390	0.870
Essigsäure-butylester	123 - 126 °C	1.394	0.881
Essigsäure-tert.-butylester	94 - 96 °C	1.387	0.866

Produkt aus Reagenz R-OH-A03: n_D (20°C) = 1.3774

Kopftemp. = 85 - 86°C (943 mbar) bei 1013 mbar höher!

→ Essigsäure-isopropylester

Produkt aus Reagenz R-OH-B03: n_D (20°C) = 1.3843

Kopftemp. = 98.5 - 99°C (947 mbar) bei 1013 mbar höher!

→ Essigsäure-propylester

Beurteilungskriterien für das Ergebnis

1. Ansatzberechnung	0.5 mol / 51.05 g oder 47.3 ml Essigsäureanhydrid 29.8 bis 29.9 g R-OH-A03/B03
2. Ausbeute Rohprodukt	43 g = Note 6 - 5 % = Note 5.5 - 10 % = Note 5 - 25 % = Note 4 - 50 % = Note 3 - 75 % = Note 2 keine Angabe = Note 1
3. n_D (20°C) Reinprodukt	R-OH-A03 Essigsäure-isopropylester = 1.377 R-OH-B03 Essigsäure-propylester = 1.387
4. Identifikation	mit R-OH-A03 = Essigsäure-isopropylester mit R-OH-B03 = Essigsäure-propylester
5. Aspekt Reinprodukt	klare, farblose Flüssigkeit

Beurteilungskriterien für die Arbeitstechnik

Bewertung: sehr gut = 6; gut = 5; knapp genügend = 4; schwach/unvollständig = 3; sehr schwach = 2;
unbrauchbar/nicht ausgeführt = 1; nicht gesehen (-)

Allgemeine Kriterien	Bemerkungen
1) Arbeitsdisposition	
2) Ordnung und Sauberkeit, inkl. Beschriftungen	
3) Umweltverhalten, inkl. korrekte Entsorgung	
4) Sicherheitsverhalten, inkl. Einsatz der pers. Schutzausrüstung und Umgang mit Chemikalien Extraktion in der Kapelle!	
5) Manuelle Geschicklichkeit	
6) Methodik, inkl. Literatureinsatz	
Aufgabenspezifische Kriterien	Bemerkungen
1) Syntheseapp.: T-Fühler taucht ein und ist ablesbar, Anhydrid tropft direkt in die Vorlage, Trockenrohr auf Kühler, gute Rührwirkung	
2) Zeiten / Temp.: 20 –30 Min. beim Zutropfen, mind. 55°C beim Start, 55 – max. 65°C während dem Zutropfen, 60 ± 5 Min. am Rückfluss, Temp. Bad beim Rückfluss max. 15°C höher als Innen-Temp.	
3) Aufarbeitung: Handhabung Scheidetrichter, pH-Kontrolle, 1x mit 100 mL NaCl, 4-5x mit 15 mL Na ₂ CO ₃ und 2x mit 25 mL H ₂ O, trocknen mit Na ₂ SO ₄ , Filtration über Watte oder Nutsche	
4) Destillationsapp.: T-Fühler taucht im Dampfstrom vollständig ein und ist ablesbar, Dest.-Blase ist max. ¾ gefüllt und enthält ein Siedestein oder Rührer, App. ist offen, keine Spinne verwenden	
5) Destillation: Dest.-Blase mögl. tief eintauchen, 1 – max. 2 Tropf/Sek., mind. 2 Fraktionen (Vorlauf)	
6) n_D (20°C): Prisma nur mit Teflon, Watte oder Kleenex berühren, max. 2-3 Tr., 2-3x messen	