

## Herstellung von Essigsäure-tert-butylester

### 1. Aufgabe

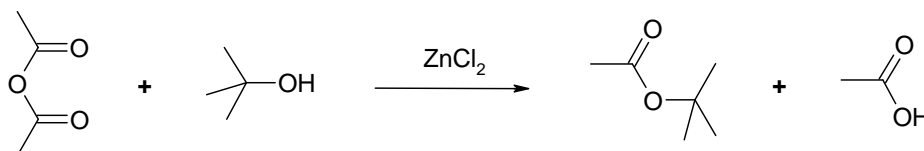
- Herstellung von Essigsäure-tert-butylester
- Reinprodukt abgefüllt und beschriftet (Gefäss mit Etikette liegt auf)
- Synthese-Protokoll mit Roh- und Reinausbeute in g und %
- Brechungsindex des Reinprodukts

### 2. Methode

Aufgrund der geringen Reaktivität von tert-Butanol wird die Veresterung mit Essigsäureanhydrid durchgeführt und zusätzlich Zinkchlorid als Katalysator eingesetzt.

Das Reaktionsgemisch wird dann auf Eiswasser gegeben, der Ester isoliert, gewaschen und getrocknet. Nach Zusatz einer Spatelspitze Kaliumhydrogencarbonat wird der rohe Ester mittels Destillation gereinigt.

### 3. Reaktion



### 4. Chemikalien und Reagenzien (liegt auf)

Essigsäureanhydrid	MERCK 100042	Natriumcarbonatlösung	2 mol/L
tert-Butanol	Fluka 19460	Natriumsulfat	MERCK 106639
Diethylether	MERCK 100921	Kaliumhydrogencarbonat	MERCK 104854
Zinkchlorid	Aldrich 429430		

### 5. Geräte und Materialien

- Glaswaren aus Praktikumsinventar
- Magnetrührwerk mit Ölbad und Kontaktthermometer
- Rotationsverdampfer
- Refraktometer

### 6. Sicherheit / Ökologie

Es sind die geeigneten Sicherheitsmassnahmen zu treffen und alle Arbeiten in der Kapelle durchzuführen. Essigsäureanhydrid ist wasserempfindlich und Zinkchlorid stark hygroskopisch.

## 7. Ausführung

In einer geeigneten Apparatur werden Essigsäureanhydrid (0.25 mol), tert-Butanol (0.25 mol) und 0.1 g Zinkchlorid vorgelegt. Das Reaktionsgemisch wird 2 Stunden rückflusiert (Temperatur Bad 100 °C). Nach dem Abkühlen wird das Reaktionsgemisch in 100 mL Eiswasser gegossen.

Der Ester wird abgetrennt und die wässrige Phase mit Diethylether (2 x 25 mL) extrahiert.

Die vereinigten organischen Phasen werden mit Natriumcarbonatlösung neutralisiert, mit Wasser gewaschen und über Natriumsulfat getrocknet.

Das Lösungsmittel wird am Rotationsverdampfer (50°C / nicht unter 500 mbar) vorsichtig entfernt. Nach Zusatz einer Spatelspitze Kaliumhydrogencarbonat wird das Rohprodukt über eine Vigreux-Kolonnen destilliert.

Vom gereinigten Produkt wird der Brechungsindex (20°C) bestimmt.

## 8. Entsorgung

Die organischen Lösungsmittel werden in den Lösungsmittelabfallbehälter gegeben und die wässrige Phase mit dem Zinkchlorid wird in den Schwermetallabfallbehälter gegeben.

## Herstellung von Essigsäure-tert-butylester (Expertenblatt)

### Bewertungskriterien

Nicht erfüllte Punkte hervorheben oder spezielle Beobachtungen unter Bemerkung festhalten. Die Bewertung und Notengebung muss in jedem Falle nachvollziehbar (Notizen) sein.

Kriterium	Note	Bemerkungen
Umsetzung	6	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Dosierung der Edukte, ZnCl<sub>2</sub>, KHCO<sub>3</sub>, LM</li> <li>• Tempfühler taucht ein, Kühler, CaCl<sub>2</sub>-Rohr</li> <li>• Katalysator zugegeben 0.1 g ZnCl<sub>2</sub></li> <li>• Einhalten Zeit 2 h und Temp.-Bad 100 °C</li> </ul>
	5	Ein Punkt von 6 nicht erfüllt
	4	Zwei Punkte von 6 nicht erfüllt
	3	Mehr als zwei Punkte von 6 nicht erfüllt.
	2 / 1	Arbeitsweise unbrauchbar / Nicht durchgeführt
Aufarbeitung	6	<ul style="list-style-type: none"> <li>• auf Eis und Wasser, gut verteilen oder Rühren</li> <li>• Extraktion und Einengen (50 °C, nicht unter 500 mbar) nach Vorschrift</li> <li>• pH-Kontrolle der Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>-Lsg</li> </ul>
	5	Ein Punkt von 6 nicht erfüllt
	4	Zwei Punkte von 6 nicht erfüllt
	3	Mehr als zwei Punkte von 6 nicht erfüllt.
	2 / 1	Arbeitsweise unbrauchbar / Nicht durchgeführt
Reinigung und Analytik	6	<ul style="list-style-type: none"> <li>• mindestens Kolonne isoliert, KHCO<sub>3</sub> zugegeben</li> <li>• Dest.-Apparatur offen, keine Spinne, mind. 2 Fraktionen</li> <li>• Dest.-Geschwindigkeit max. 2 Tropf/Sek.</li> <li>• n<sub>D</sub>20 Prisma Kratzer vermeiden / 20°C</li> </ul>
	5	Ein Punkt von 6 nicht erfüllt
	4	Zwei Punkte von 6 nicht erfüllt
	3	Mehr als zwei Punkte von 6 nicht erfüllt.
	2 / 1	Arbeitsweise unbrauchbar / Nicht durchgeführt
Sicherheit & Methodik	6	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Einhaltung von Sicherheitsvorschriften, inkl. Verwendung PSA (Brille, Schurz, ev. Handschuhe)</li> <li>• Peroxidtest durchgeführt</li> <li>• Ordnung &amp; Sauberkeit, inkl. korrekte Beschriftung</li> <li>• Arbeitsdisposition, Absprache sowie Koordination</li> <li>• laufende Protokollierung (keine Notizzettel)</li> </ul>
	5	Ein Punkt von 6 nicht erfüllt
	4	Zwei Punkte von 6 nicht erfüllt
	3	Mehr als zwei Punkte von 6 nicht erfüllt <b>oder Nichteinhaltung von Sicherheitsvorschriften</b>
	2 / 1	Arbeitsweise unbrauchbar / Nicht durchgeführt
Ansatzberechnung korrekt ?	<input type="checkbox"/> ja <input type="checkbox"/> nein   25.52 g / 23.6 mL Essigsäureanhydrid 18.53 g / 23.9 mL tert-Butanol	Der Notenabzug erfolgt erst durch das für die Aufgabe zuständige Expertenteam
Materialnachbezug ?	<input type="checkbox"/> ja <input type="checkbox"/> nein	Der Notenabzug erfolgt erst durch das für die Aufgabe zuständige Expertenteam

Gesamteindruck / Notizen	

### Notengewichtung

Arbeitstechnik	: 40 %
Resultat	: 30 %
Protokoll	: 30 %

### Weitere Informationen

- Theoretische Ausbeute (0.25 mol / 100%) = 29.04 g / 55% ca. 16 g wird erwartet
- Siedepunkt Diethylether = 35 °C und vom Produkt 97 – 98 °C (Literatur)
- Brechungsindex (20 °C) vom Produkt = 1.386 (Literatur)
- tert-Butanol ist bei Raumtemperatur fest, kann mit warmem Wasser verflüssigt werden.

### Materialliste

Chemikalien, Reagenzien, Geräte und Materialien für 18 Kandidatinnen und Kandidaten.

Beschreibung	Menge	Bemerkung
Essigsäureanhydrid MERCK 100042, zur Analyse, abfüllen in 4 x 250 mL Glasflaschen	1 L	
tert-Butanol, Fluka 19460, abfüllen in 4 x 250 mL PE-Flaschen	1 L	
Diethylether, MERCK 100921	4 x 1 L	
Peroxid-Test, MERCK 110011	1 Pack	
Zinkchlorid, Aldrich 429430, neu abfüllen in 6 x 4 mL Wheaton Vial	5 g	
Natriumcarbonat, MERCK 106392, 3 L herstellen 2 mol/L, abfüllen in 6 x 500 mL PE-Flaschen	1 kg	
Calciumchlorid gekörnt 2 - 6 mm, MERCK 102391, für Trockenrohr, abfüllen in 2 x 500 mL Behälter	1 kg	
Natriumsulfat, MERCK 106639	2 x 500 g	
Kaliumhydrogencarbonat, MERCK 104854, abfüllen in 6 x 4 mL Wheaton Vial	5 g	
Glaswaren aus Praktikumsinventar		
Magnetrührwerk mit Ölbad, Öl für Ölbad	18	
Rotationsverdampfer	6	
Watte und Alufolie (Isolierung der Vigreuxkolonne)	je 2	
Oberschalenwaage	4	
Eis		
pH Papier	6 Pack	
Refraktometer, Thermostat 20 °C	2	