

Präparat 1: Darstellung von Essigsäurebutylester



Essigsäure
(C₂H₄O₂)
M = 60,05 g/mol
K_P = 117,9 °C

Butanol
(C₄H₁₀O)
M = 74,12 g/mol
K_P = 117- 118 °C

Essigsäurebutylester
(C₆H₁₂O₂)
M = 116,16 g/mol
K_P = 126 °C

K_P (CHCl₃) = 61,7 °C

1. Ansatz

Es sollen 10 g Produkt hergestellt werden.
Literaturausbeute [1]: 85 %

$$\begin{array}{rcl} 10\text{g} & = & 85 \% \\ x & = & 100 \% \rightarrow x = 11,76 \text{ g} \end{array}$$

$$11,76\text{g Produkt entsprechen } n = \frac{m}{M} = \frac{11,76}{116,16} \text{ mol} = 0,1012 \text{ mol}$$

	Essigsäure	Butanol	H ₂ SO ₄ (konz.)	CHCl ₃	Produkt
Literatur	1,75 mol	1 mol	5g	100 ml	1 mol
Ansatz	0,1771 mol	0,1012 mol	0,5 g	10 ml	0,1012 mol
Eingesetzte Masse [g]	10,6 g 99 % = 10,74g	7,5 g	0,5 g	10 ml	
ρ [g/ml]	1,049 g/ml	0,81 g/ml	1,84 g/ml		
Eingesetztes Volumen [ml]	10,3 ml	9,3 ml	0,3 ml	10 ml	

2. Durchführung:

10,3 ml Essigsäure wurden mit 9,3 ml Butanol, ca. 1 ml konz. Schwefelsäure und ca. 80 ml Chloroform versetzt und am Wasserabscheider unter Rückfluss 20 Stunden erhitzt, bis sich kein Wasser mehr abschied. Das anfangs farblose Gemisch änderte seine Färbung und wurde zu einer braunen klaren Flüssigkeit. Die Temperatur der Lösung wurde dabei konstant zwischen 60-70°C gehalten, sodass das Lösemittel Chloroform siedete, aber keine weiteren unerwünschten Reaktionen ablaufen. Nach Beendigung der Reaktion ließ man abkühlen und

wusch mithilfe eines Scheidetrichters die Katalysatorsäure mit ca. 15 ml Wasser, 15 ml wässriger Hydrogencarbonatlösung und nochmals 15 ml Wasser aus.
Anschließend wurde das Chloroform am Rotationsverdampfer bei 40 °C und einem Druck von 450- 500 mbar abgezogen. Dabei werden die Reste des Waschwassers mitgenommen.
Anschließend wurde das Reaktionsgemisch fraktioniert destilliert und so das Produkt isoliert.

3. Ausbeute:

2,8 g Essigsäurebutylester (24 %); Literaturausbeute [1]: 85 %

4. Charakterisierung:

a) Brechungsindex

Literaturwert [2]: $n_D^{20} = 1,394$

Gemessener Wert: $n_D^{21} = 1,394$, umgerechnet auf 20 °C (+ ca.4 * 10⁻⁴ je Grad über 20 °C)
 $n_D^{20} = 1,3944$

b) Siedetemperatur

Literaturwert [1]: 126 °C

Gemessener Wert: 124 °C

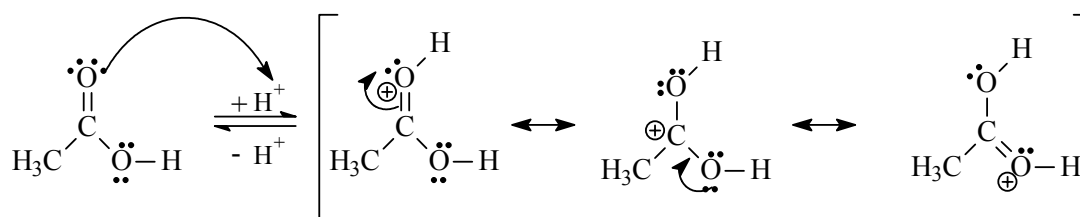
c) IR- Spektrum

Flüssig-IR auf NaCl-Platten

Wellenzahl [cm ⁻¹]	Schwingungstyp	Verbindungen
2950, 2860	-CH ₃ -Valenz	gesättigte Kohlenwasserstoffe
1730	-C=O-Valenz	gesättigte Carbonsäurealkylester
1460	-CH ₃ -, -CH ₂ - Deformation	gesättigte Kohlenwasserstoffe
1370	-CH ₃ -Deformation	gesättigte Kohlenwasserstoffe
1240	-C-O-C-Valenz	gesättigte Ester

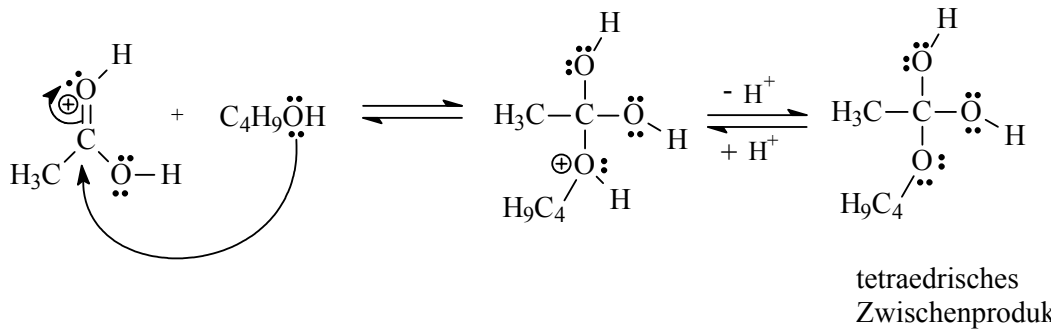
5. Mechanismus:

Schritt 1: Protonierung der Carboxylgruppe

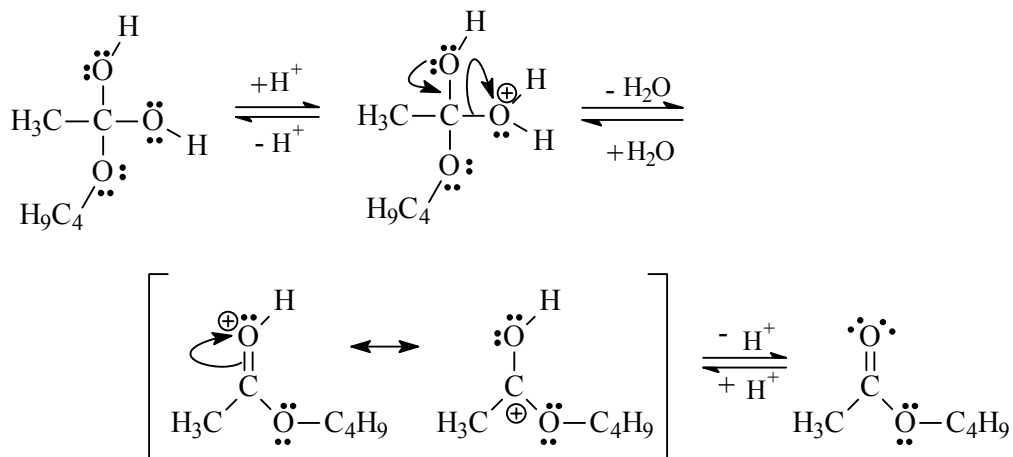


Dihydroxycarbenium- Ion

Schritt 2: Angriff durch Butanol



Schritt 3: Wasserabspaltung



Bei der Reaktion handelt es sich um eine säurekatalysierte Veresterung von Säure und Alkohol unter Wasserabspaltung:

Zuerst entsteht durch die Protonierung der Säure ein delokalisiertes Dihydroxycarbenium- Ion (Schritt 1). Hierdurch wird ein nukleophiler Angriff des Butanols auf das Carbonyl-Kohlenstoffatom ermöglicht. Durch Abspaltung eines Protons aus dem ersten Addukt entsteht das tetraedrische Zwischenprodukt der nukleophilen Addition (Schritt 2). Dieses Molekül stellt den entscheidenden Punkt des gesamten Reaktionsweges dar, denn es kann säurekatalysiert in Hin- und Rückrichtung zerfallen. Im Falle der Hinreaktion führt die Protonierung an einem der beiden Hydroxy- Sauerstoffatome zu einer Abspaltung von Wasser und dem Esterprodukt (Schritt 3).

Am Mechanismus ist gut zu erkennen, warum Säurekatalyse sinnvoll ist, und warum das Sauerstoffatom des Alkohols (hier Butanol) im Ester erscheint.

Die Gleichgewichtsreaktion kann durch Zugabe von Katalysatorsäure und erhöhter Temperatur, durch Entziehen des Wassers aus dem Gleichgewicht sowie einem Überschuss an zugegebenem Alkohol weit auf die Seite des Produktes Ester gezogen werden.

6. Literatur:

- [1] Becker, H./ Domschke, G./ Fanghänel, E.: Organikum. Organisch-chemisches Grundpraktikum. 16., bearb. Aufl. Berlin: VEB Deutscher Verlag der Wissenschaften 1986, S. 400-408
- [2] Falbe, J./ Regitz, M.: CD Römpp Chemie Lexikon auf CD-Rom, Version 1.0. 9. korrigierte und verbesserte Aufl.. Stuttgart; New York: Georg Thieme Verlag, 1995
- [3] Vollhardt, K. P. C./ Schore, N. E.: Organische Chemie. 2. Aufl.. Weinheim; New York; Basel; Cambridge; Tokyo: VCH, 1995, S. 831-832
- [4] Sadtler Research Laboratories Inc. 1967, 10971 K

7. Anhang

- 1) IR-Spektrum der Synthesesubstanz
- 2) Vergleichs-IR-Spektrum

Essigsäure - ätzend

Wichtigster Vertreter aus der Reihe der Fettsäuren. Wasserfreie E. (Eisessig) ist eine klare, farblose, stechend riechende Flüssigkeit, Sdp. 117,9°, die bei 16,5° zu eisartigen Kristallen erstarrt. E. wirkt auf Augen, Haut u. Schleimhäute stark ätzend, reine E. ist brennbar

Butanol - reizend, narkotisierend

Von B. sind vier Isomere möglich, u. zwar 2 primäre, 1 sekundärer u. 1 tertiärer Alkohol (vgl. Alkohole). Alle B. sind farblose brennfähige Flüssigkeiten bzw. Krist., vgl. (d), die in Wasser mäßig bzw. vollständig (d), in org. Lsgm. vollständig lösl. sind, B.-Dämpfe u. Flüssigkeiten reizen Augen, Atemwege u. Haut, Dämpfe in hohen Konz. haben narkotische Wirkung.

CHCl₃ – narkotisierend und leberschädigend

(Trichlormethan) MG. 119,39. Süßlich riechende, farblose, unbrennbare Flüssigkeit, D. 1,483, Schmp. –63,5°, Sdp. 61,7°. C. wirkt bei Inhalation u. oraler Aufnahme narkot., in größeren Mengen atemlähmend, u. chron. Einwirkung ruft – wie viele Chlorkohlenwasserstoffe – Leberschäden hervor. In Wasser wenig, in Alkohol, Ether, Benzin, Benzol, Aceton, Fetten, Ölen leicht lösl.; Verdacht auf krebserzeugendes Potential . in braunen Flaschen