

Estersynthese mit Wasserauskreisung

Essigsäure-n-butylester wird in fast 100 % -iger Ausbeute dargestellt, indem das entstehende Wasser abdestilliert wird. Dazu dient ein eigenes Glasgerät, der Wasserauskreiser.

Hintergrund

Die Estersynthese ist eine Gleichgewichtsreaktion. Das Gleichgewicht lässt sich komplett auf die Seite der Produkte verschieben, wenn eines der Produkte aus dem Gleichgewicht entfernt wird. In diesem Fall wird Wasser abdestilliert.

Gefahren



Signalwort: Gefahr

Essigsäure ist als Flüssigkeit und Dampf entzündbar. Verursacht schwere Verätzungen der Haut und Augenschäden.

Butan-1-ol ist als Flüssigkeit und Dampf entzündbar. Gesundheitsschädlich bei Verschlucken. Verursacht schwere Augenschäden. Verursacht Hautreizungen. Kann die Atemwege reizen. Kann Schläfrigkeit und Benommenheit verursachen.

Schwefelsäure, konz., verursacht schwere Verätzungen der Haut und Augenschäden.

Natriumcarbonat und Calciumchlorid reizen stark die Augen.

Essigsäure-n-butylester ist als Flüssigkeit und Dampf entzündbar. Kann Schläfrigkeit und Benommenheit verursachen. Wiederholter Kontakt kann zu spröder oder rissiger Haut führen.

Nicht mit offener Flamme arbeiten (Heizhaube verwenden).

BEI KONTAKT MIT DER HAUT: Mit viel Wasser und Seife waschen. BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen. Ärztlichen Rat einholen/ärztliche Hilfe hinzuziehen.



Schutzbrille tragen.

Entsorgung

Der Ester wird im Abfallbehälter für organische Lösemittel entsorgt.

Estersynthese mit Wasserauskreisung

Chemikalien

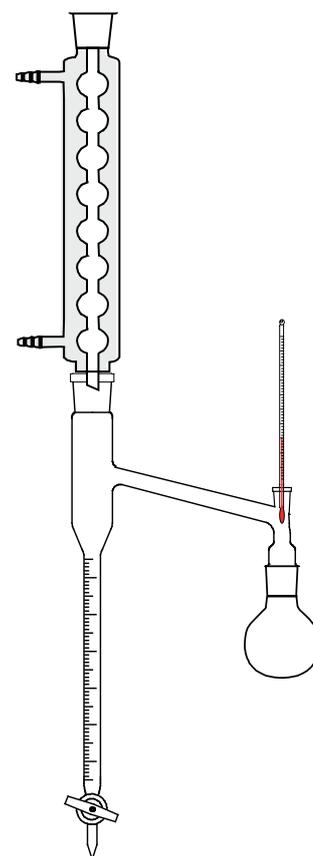
Essigsäure, 96 % H226 H314 P280 P301+P330+P331 P305+P351+P338 P307 P310
 Butan-1-ol H226 H302 H318 H315 H335 H336 P280 P302+P352 P305+P351+P338 P313
 Schwefelsäure, konz. H314 H290 P280 P301+P330+P331 P305+P351+P338 P309+P310
 Natriumcarbonat Decahydrat H 319 P260 P305+P351+P338
 Calciumchlorid, wasserfrei H 319 P305+P351+P338

Materialien

Rundkolben, 500 ml
 Wasserauskreiser
 Rückflusskühler, Schläuche
 Heizhaube, 500 ml
 Stativmaterial
 Thermometer oder Messwerterfassung mit Temperaturfühler

Durchführung

1. Aufbau der Versuchsanordnung nach nebenstehender Skizze.
2. 10 ml Butanol in den Bürettenteil des Wasserauskreisers geben.
1. In den Rundkolben das Reaktionsgemisch aus 75 g Essigsäure (1,25 Mol), 92,5 g Butanol (1,25 Mol) und 1 ml Schwefelsäure, konz., geben.
2. Das Reaktionsgemisch zum schwachen Sieden erhitzen, die Dampftemperatur nicht größer als 115 - 120 °C werden lassen, da sonst Ester überdestilliert.
3. Die Reaktion ist beendet, wenn kein weiteres Wasser mehr sich im Bürettenteil ansammelt.
4. Nach dem Abkühlen Estermenge im Rundkolben bestimmen.
5. Geruchsprobe.
6. Den Ester im Kolben zum Reinigen mit 10 % Sodalösung ausschütteln, um die Schwefelsäurereste zu entfernen, dann über Calciumchlorid trocknen.
7. Eventuell zum Reinigen noch einmal abdestillieren.



Beobachtung

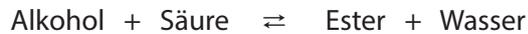
Dämpfe steigen auf, kondensieren am Rückflusskühler, Flüssigkeit tropft nach unten in den Bürettenteil des Wasserauskreisers. Dort trennt sich das Kondensat in eine schwerere Wasser- und eine leichtere organische Phase (vor allem Butanol), die wieder in den Reaktionskolben zurückfließt.

Der Ester riecht fruchtartig.

Estersynthese mit Wasserauskreisung

Erklärung

Die Esterbildung ist eine Gleichgewichtsreaktion:



Je nach beteiligten Ausgangsstoffen liegt das Gleichgewicht mehr auf der Seite der Ausgang oder Endstoffe. Will man eine möglichst hohe Esterausbeute, kann man das Gleichgewicht auf die rechte Seite verschieben, indem man den Ester oder das Wasser abdestilliert.

Die beteiligten Stoffe haben folgende Siedepunkte:

Wasser	100,0 °C
Butan-1-ol	117,5 °C
Essigsäure	118,1 °C
Essigsäure-n-Butylester	127,0 °C
Schwefelsäure	338,0 °C

Wasser und Butan-1-ol bilden ein Azeotrop, das einen Siedepunkt von 92,4 °C besitzt (Lit. 2) Als Destillat geht somit zwischen 90 und 120 °C vor allem das Wasser - Butanol Azeotrop (mit kleinen Mengen Essigsäure und Schwefelsäure vermischt) über und kondensiert am Kühler. Es tropft in den Bürettenteil des Wasserauskreislers.

Dabei trennt sich das Wasser - Butanol Gemisch, Butanol schwimmt oben auf und ließt wieder zurück in den Kolben.

Dadurch wird letztendlich Wasser aus dem Reaktionskolben abdestilliert, so dass Essigsäure und Butanol fast vollständig zum Ester reagieren.

Essigsäure bildet mit Butan-1-ol kein Azeotrop.

Bezugsquelle

Der Experimentiersatz kann von Windlab www.winlab.de unter der Bestellnummer 4199 91044 bezogen werden. Die Kosten belaufen sich auf 259,00 Euro + MwSt. (Stand 2015).

Literatur

- (1) Bukatsch, F.; Glöckner, F.: Experimentelle Schulchemie, Bd. 6/1. Aulis, Köln, 1974.
- (2) https://en.wikipedia.org/wiki/Azeotrope_tables