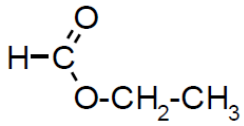
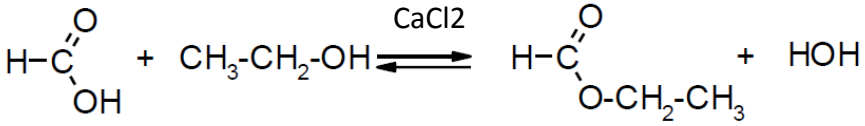
Этилформиат

(этиловый эфир уксусной кислоты)



Уравнение основной реакции:



План работы:

1. Расчет синтеза и оформление лабораторного журнала
2. Подготовка к синтезу: получение реактивов и посуды, сборка установки для проведения синтеза
3. Проведение синтеза.
4. Выделение этилформиата и его осушка
5. Очистка этилформиата методом простой перегонки
6. Расчет практического выхода.

Реактивы		Посуда	
Кислота муравьиная	16,5 мл	Круглодонная колба	2
Хлорид кальция	5 г	Холодильник Либиха	1
Спирт этиловый 96 %-ный	27,5 мл	Насадка Вюрца	1
Карбонат натрия, 10%-ный раствор		Дефлегматор	1
		Термометр	1
		Аллонж	2
		Плоскодонная колба	3
		Делительная воронка	1

РАСЧЕТ СИНТЕЗА

Константы соединений и данные для расчета	Исходные вещества			Продукт реакции
	Муравьиная кислота	этанол	CaCl2	этилформиат
1. Молекулярная масса (М)				
2. Температура кипения, °С				
3. Температура плавления, °С				
4. Плотность, ρ, г/мл				
5. Концентрация, ω, %				
6. Растворимость в воде				
в спирте				
Требуемые количества:				
7. по методике				
в миллилитрах	16,5	27,5		
в граммах			5	
в молях				
8. по заданию				
в миллилитрах				
в граммах				
в молях				
9. по уравнению реакции				
в молях				
избыток в молях				
Выход теоретический =				

Расчет требуемых количеств исходных веществ

Задание: получить этилформиат из _____ мл этанола.
1. Определяем количество этанола в миллилитрах:

$m = V \times \rho \times 100 / \omega$ = _____ = _____*г*

2. Определяем количество моль этанола:

$n = \frac{m}{M} =$ *моль*

3. Определяем количество муравьиной кислоты по пропорции:

По методике на 27,5 мл этанола требуется 16,5 мл муравьиной кислоты, тогда по заданию на ____ мл этанола требуется **X** мл HCOOH
X **=** _____ мл *×16,5 мл / 27,5 мл =*_____ *мл*

Определяем количество муравьиной кислоты в молях

$\nu_{(HCOOH)} = \frac{X \times \rho \times 100}{\omega} / M(HCOOH)$ = _____ = _____*моль*

4. Определяем необходимое количество хлорида кальция по пропорции:

На 27,5 мл этанола требуется 5 г хлорида кальция
На ____ мл этанола по заданию – **X** г хлорида кальция
X **=** _____ *г*

Определяем количество молей хлорида кальция, необходимого для реакции:

$\nu_{(CaCl2)}$ = ***X*** / M_{CaCl2} = _____= _____ *моль*

Проведение реакции

В круглодонной колбе емкостью 100 мл смешивают 16,5 мл муравьиной кислоты и 27,5 мл этанола и прибавляют 5 г безводного хлорида кальция. Смесь нагревают с дефлегматором, соединенным с нисходящим холодильником на водяной бане (не кипящей!!!) (Схема 1).

Перед началом перегонки не забудьте бросить в колбу кипелки!!!

При этом этилформиат отгоняется и собирается в приемнике, охлаждаемом холодной водой. Собирают фракцию, кипящую при температуре 54-63°С.

Полученный эфир промывают последовательно водой, 10%-ным раствором карбоната натрия и снова водой (Схема 2), высушивают над безводным хлоридом кальция и перегоняют на водяной бане (Схема 3), собирая фракцию с температурой кипения 54-56 °С.

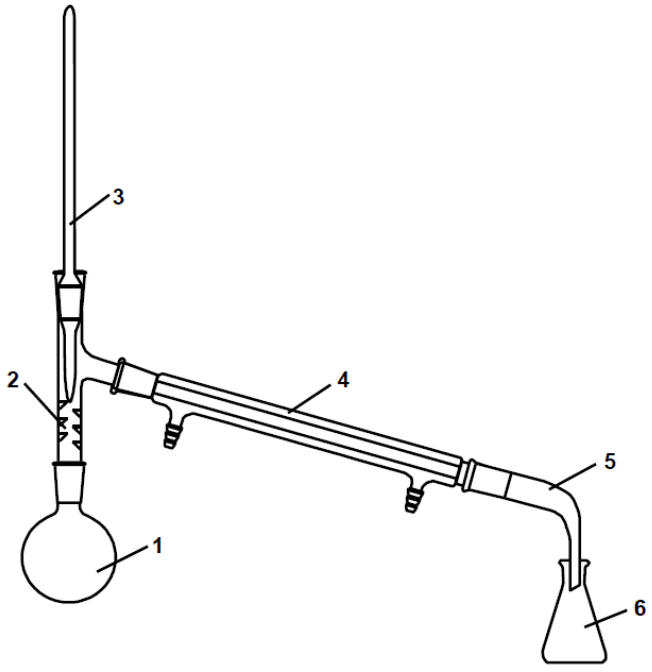


Схема 1 – Установка для фракционной перегонки

1 – круглодонная колба; *2* – насадка с дефлегматором; *3* – термометр; *4* – холодильник Либиха; *5* – аллонж; *6* – плоскодонная колба-приемник

Схема 2

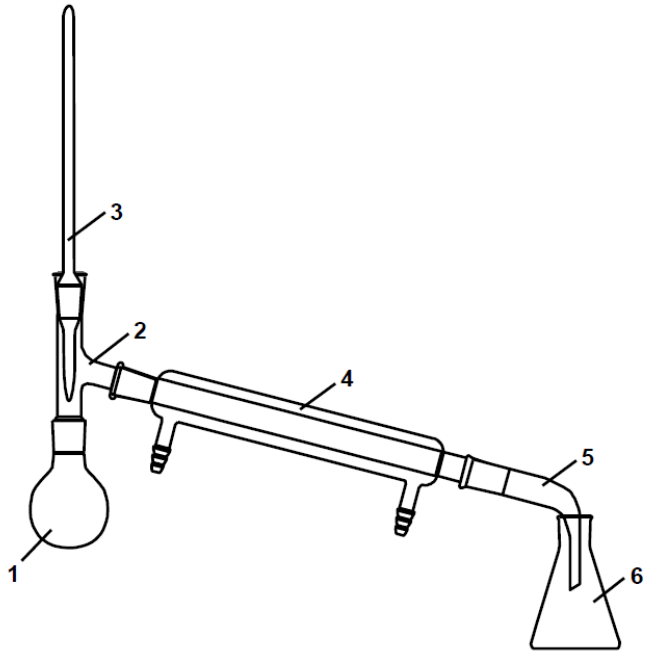


Схема 3 - Установка для простой перегонки

1 – круглодонная колба; *2* – насадка Вюрца; *3* – термометр;
4 – холодильник Либиха; *5* – аллонж; *6* – плоскодонная колба-приемник

Выход продукта реакции:

Полученное вещество	Выход вещества	
	в граммах	в процентах от теории

Вопросы для защиты синтеза:

1. Приведите механизм реакции этерификации. Объясните, какую роль играет в этой реакции серная кислота.

2. Как называется процесс, обратный реакции этерификации? Напишите уравнения гидролиза полученного в данной работе сложного эфира в кислой и щелочной средах. Объясните, почему щелочной гидролиз является необратимым?

3. Почему выход сложного эфира в равновесных условиях не превышает 70 %? Каким образом можно его повысить? Какие приемы смещения равновесия Вы используете в данной работе?

4. Как может развиваться реакция этерификации, если взять не каталитическое, а эквимольное количество серной кислоты?

5. Зачем полученный эфир промывают раствором карбоната натрия? Напишите уравнения соответствующих реакций.

6. Почему необходима осушка синтезированного сложного эфира перед перегонкой? Назовите критерии подбора осушителя. Как сушит безводный хлорид кальция?

7. Почему для перегонки этилформиата используется водяной, а не воздушный холодильник?

8. Для чего используются «кипелки»? Как поступить, если Вы забыли внести «кипелки», а реакционная смесь уже нагрета?

9. Какая из двух приведенных кислот – пропановая или трифторуксусная – будет легче реагировать с этанолом? Чем объясняется различная реакционная способность этих кислот?

10. Для чего в схеме 2 используется дефлегматор?