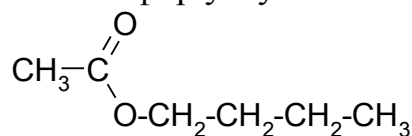


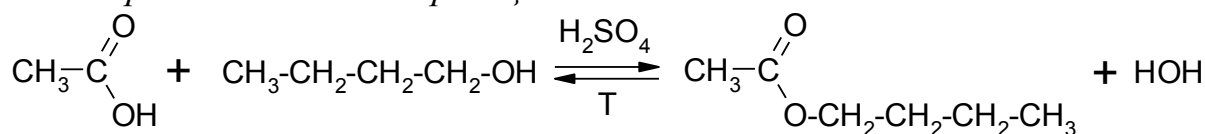
Синтез № 1

Бутилацетат

(бутиловый 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 (схема 1).
3. Проведение синтеза.
4. Выделение бутилацетата и его осушка (схема 2).
5. Очистка бутилацетата методом фракционной перегонки (схема 4).
6. Расчет практического выхода.

Реактивы		Посуда	
<i>n</i> -Бутанол	21 мл	Круглодонная колба	2
Уксусная кислота ледяная	12 мл	Насадка Дина-Старка	1
Кислота серная 97 %-ная	2 мл	Холодильник шариковый	1
Натрия карбонат		Воронка делительная	1
10 %-ный раствор		Холодильник Либиха	1
Хлорид кальция		Насадка Вюрца	1
безводный			
Вода дистиллированная		Колба плоскодонная	3
		Аллонж	1
		Термометр	1
		Дефлегматор	1

1. Расчет синтеза и оформление лабораторного журнала – см. образец в Приложении Б.

2. Установка для проведения синтеза представлена на схеме 1 (рис.17).

Реакцию проводят в круглодонной колбе объемом 150–200 мл. Нагревание прибора осуществляется пламенем газовой горелки через асбестовую пластину. Образующаяся в процессе реакции вода отгоняется из реакционной колбы в виде азеотропной смеси с *n*-бутанолом. Для отбора воды применяют водоотделитель – ловушку Дина-Старка, в которую до начала реакции заливают дополнительное количество *n*-бутанола.

Сборка установки.



**Прибор для проведения синтеза собирается на одном штативе!
Сборка прибора начинается с установки газовой горелки!**

В сухую чистую круглодонную колбу 1 налейте 21 мл бутанола, 12 мл уксусной кислоты и 2 мл серной кислоты.

Тщательно перемешайте содержимое колбы и закрепите её в двурогой лапке так, чтобы расстояние от верхнего края горелки до дна колбы не превышало 5–6 см. Затем внесите «кипелки» и установите насадку Дина-Старка 2, заполненную бутанолом **сверх заданного количества** (до перелива). Закрепите обратный шариковый холодильник 3 в трехрогой лапке. Соедините керн холодильника 3 с верхней частью ловушки Дина-Старка.

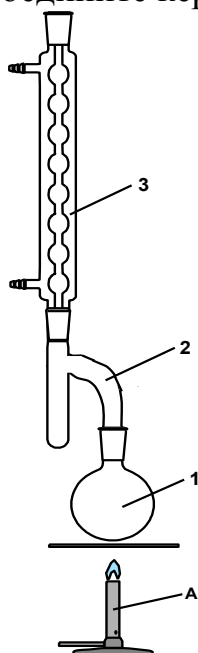


Рисунок 17 –
Установка с
водоотделителем
(схема 1)

Шланги для подвода и отвода воды надевайте на холодильник до его соединения с ловушкой Дина-Старка! Не забудьте, при одевании шлангов смазать их глицерином. Нижний шланг холодильника подключите к водопроводному крану, верхний опустите в канализационный слив.

При сборке прибора все шлифовые соединения следует герметизировать с помощью смазки для шлифов. Это позволит снизить потери реагентов и продуктов реакции.

3. Проведение синтеза.

Включите газовую горелку и нагревайте реакционную колбу, поддерживая равномерное кипение реакционной смеси. Реакция считается законченной, когда в ловушке Дина-Старка выделится расчетное количество воды.

4. Выделение бутилацетата из реакционной смеси (схема 2). По окончании реакции реакционную смесь охладите до комнатной температуры.



Рисунок 18

Установку разберите, содержимое ловушки вылейте в банку «Слив бутанола», находящуюся в вытяжном шкафу.

Жидкость из реакционной колбы перелейте в плоскодонную колбу с 50–70 мл дистиллированной воды и тщательно перемешайте. Верхний эфирный слой тщательно отделите на делительной воронке (схема 2), промойте 10 %-ным раствором карбоната (или гидрокарбоната) натрия до исчезновения кислой реакции на лакмус.

Промытый бутилацетат перенесите в сухую и

Делительная чистую плоскодонную колбу с пробкой и сушите над воронка прокаленным хлоридом кальция 10–15 минут. Раствор (схема 2) при этом становится прозрачным.

5. Очистка бутилацетата фракционной перегонкой (схема 3).

Для очистки высушенного прозрачного бутилацетата соберите установку для фракционной перегонки при атмосферном давлении с небольшим дефлегматором (схема 3, приведенная на рисунке 19; см. также раздел «Перегонка»). Бутилацетат залейте в перегонную колбу через воронку, не допуская попадания в колбу осушителя, и внесите несколько «кипелок». В отверстие насадки установите термометр таким образом, чтобы верхний край ртутного шарика находился на 3–5 мм ниже отводной трубки насадки.

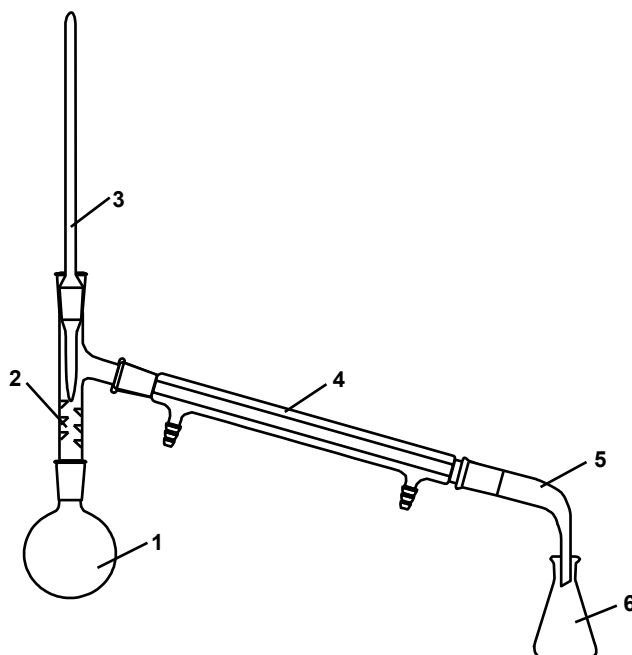


Рисунок 19 – Установка для фракционной перегонки (схема 3):

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

Перегонку проводите, нагревая прибор пламенем газовой горелкой через асбестовую пластину. Соберите фракцию, кипящую при температуре 123–125 °С.

6. Расчет практического выхода.

По окончании перегонки измерьте объем полученного продукта, рассчитайте выход бутилацетата в процентах от теоретически возможного. Готовый продукт сдайте лаборанту, предварительно показав преподавателю вместе с отчетом.

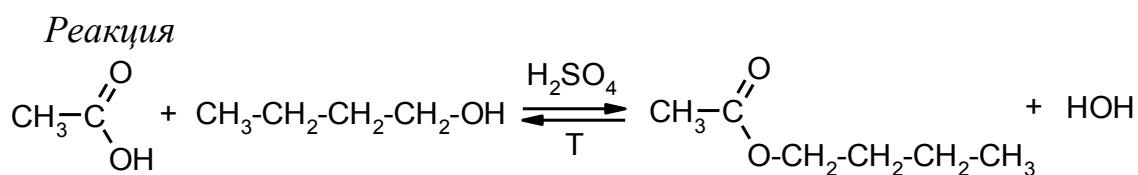
❧ Вопросы для защиты синтеза:

1. Приведите механизм реакции этерификации, катализируемой кислотами. Объясните, какова роль серной кислоты в данной реакции?

2. Почему при добавлении большого количества серной кислоты реакция этерификации не идет?
3. Какова роль насадки Дина-Старка при проведении синтеза?
4. С какой целью при проведении реакции этерификации используется избыток бутанола?
5. Каково назначение шарикового холодильника в схеме 1? В чем его преимущество по сравнению с холодильником Либиха?
6. По какому признаку определяют конец реакции?
7. Для чего после окончания реакции реакцию смесь промывают раствором карбоната натрия?
8. В каких случаях при перегонке используют водяной, и в каких - воздушный холодильник?
9. Как правильно установить термометр при перегонке жидкостей?
10. Как сушит прокаленный хлорид кальция?
11. От какой основной примеси вы очищали бутилацетат при фракционной перегонке (схема 3)?

Пояснения к синтезу

Синтез бутилацетата



Реакцией ацилирования называется процесс замещения атома водорода некоторых функциональных групп (например, гидроксильной) на остаток карбоновой кислоты (ацил).

При ацилировании спиртов карбоновыми кислотами образуются сложный эфир и вода. Эта реакция называется реакцией **этерификации** и представляет собой обратимый процесс.

Чтобы сместить равновесие в сторону образования сложного эфира для реакции берут избыток спирта и удаляют из сферы реакции один из образующихся продуктов – воду. Для удаления воды применяют метод азеотропной отгонки воды, используя водоотделитель (ловушку Дина-Старка).

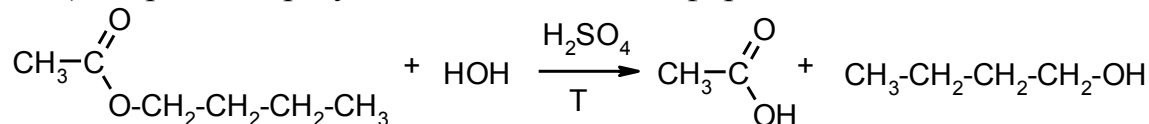
Для ускорения протекания этерификации применяют кислый катализ – минеральную кислоту (фосфорную, серную кислоту, газообразный хлороводород и др.). Роль катализатора заключается в присоединении протона к кислороду карбонильной группы, что приводит к образованию катиона – частицы с положительным зарядом на атоме углерода, которая более активно взаимодействует со спиртом.

Избыток взятой на реакцию минеральной кислоты может привести к тому, что она будет протонировать не только карбоксильную группу, но атом

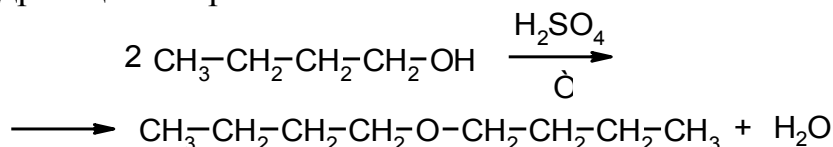
кислорода гидроксильной группы спирта, в результате чего в реакционной среде образуются два вида катионов – карбокатионы и оксониевые катионы, которые не взаимодействуют друг с другом.

В ходе синтеза возможно протекание следующих побочных реакций:

1) гидролиз образующегося сложного эфира:



2) дегидратация спирта



Механизм реакции этерификации.

Реакция этерификации состоит из двух стадий: 1) нуклеофильного присоединения молекулы спирта (нуклеофила) с активированной карбоксильной группе (реакция A_N) и 2) отщепления (элиминирования) молекулы воды (реакция E).

