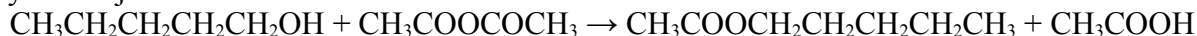


Úloha 5 – Příprava pentylesteru kyseliny octové

Úvod:

Na prípravu pentylesteru kyseliny octovej bola použitá reakcia pentanolu s anhydridom kyseliny octovej:



Kedže anhydridy karboxylových kyselín sú pri esterifikácii dostatočne reaktívne, nebol potrebný katalyzátor ani zahrievanie. Výsledný produkt sa potom jednoducho oddelil v oddeľovacom lieviku, lebo reaktanty aj vedľajší produkt sú rozpustné vo vode. Produkt sa ešte prečistil destiláciou a zmeral sa jeho index lomu a hustota.

Výpočet množstva pridaného acetanhydridu (v 1,1-násobnom prebytku):

$$V_{(\text{CH}_3\text{CO})_2\text{O}} = \frac{n_{(\text{CH}_3\text{CO})_2\text{O}} \cdot M_{(\text{CH}_3\text{CO})_2\text{O}}}{\rho_{(\text{CH}_3\text{CO})_2\text{O}}} = \frac{1,1 \cdot M_{(\text{CH}_3\text{CO})_2\text{O}} \cdot V_{\text{C}_5\text{H}_{11}\text{OH}} \cdot \rho_{\text{C}_5\text{H}_{11}\text{OH}}}{\rho_{(\text{CH}_3\text{CO})_2\text{O}} \cdot M_{\text{C}_5\text{H}_{11}\text{OH}}} = \frac{1,1 \cdot 102,09 \cdot V_{\text{C}_5\text{H}_{11}\text{OH}} \cdot 0,811}{1,082 \cdot 88,15}$$

Aparatúra:

Erlenmayerova banka 100 ml, oddeľovací lievik 100 ml, prikvpkávacie lievik 50 ml, kadičky 100 ml a 250 ml, filtračný lievik, magnetické miešadlo a miešačka, liekovky, vákuová zábrusová destilačná aparatúra (obr. 8 v skriptách – destilačná banka 50 ml, teplomer, vodný chladič, alonž, vodná výveva, ortuťový manometer, predloha – banky 10 ml a 25 ml), analytické váhy, automatická pipeta 1,000 ml, refraktometer

Postup práce:

Do 100 ml Erlenmayerovej banky som nalial 19 ml acetanhydridu, pridal magnetické miešadlo a za stáleho miešania som počas 15 minút pridával 20 ml pentanolu s prikvpkávacieho lievika. Reakčnú zmes som potom nechal stáť 15 minút. Potom som pridal 40 ml vody a túto zmes som oddelil v oddeľovacom lieviku. Organickú fázu som potom premyl 2×40 ml vody, 2×40 ml 5% NaOH a znovu 2×40 ml vody. Pridal som 2 g bezvodého Na₂SO₄ a pretrepal. Surový produkt som prefiltroval do 50 ml destilačnej banky, pridal varný kamienok a vákuovo destiloval. Tlak v aparatúre bol 1,7 kPa. Do dosiahnutia stálej teploty som destilát zachytával do 10 ml predlohy, po ustálení teploty pár na 47 °C som zachytával čistý produkt do vopred odváženej 25 ml banky. Po dokončení destilácie som banku s produktom zvážil, určil index lomu a trikrát zvážil 1 ml produktu odmeraný vopred zkalibrovanou automatickou pipetou (na vodu – pri teplote 20°C mala hustotu 0,998205 g.cm⁻³), čím som určil hustotu.

Výsledky:

Teoretický výtťažok: $m_{\text{teor}} = n_{\text{C}_5\text{H}_{11}\text{OH}} \cdot M_{\text{ester}} = \frac{V_{\text{C}_5\text{H}_{11}\text{OH}} \cdot \rho_{\text{C}_5\text{H}_{11}\text{OH}} \cdot M_{\text{ester}}}{M_{\text{C}_5\text{H}_{11}\text{OH}}} = \frac{20 \cdot 0,811 \cdot 130,187}{88,15} = 24,0 \text{ g}$

Praktický výtťažok:

$$33,050 - 26,655 = 6,40 \text{ g}$$

$$\frac{m_{\text{prak.}}}{m_{\text{teor.}}} = \frac{6,40}{24,0} = 27\%$$

Index lomu: 1,408

Stanovenie hustoty:

Medzi váženiami som pridával pipetou po 1 ml vody/produktu:

voda:

$$12,5922 \text{ g}$$

$$13,7544 \text{ g} \rightarrow 1,1622 \text{ g}$$

$$14,9189 \text{ g} \rightarrow 1,1645 \text{ g}$$

$$16,0803 \text{ g} \rightarrow 1,1614 \text{ g}$$

$$\text{priemer: } 1,1627 \text{ g}$$

$$V = \frac{m}{\rho} = \frac{1,1627}{0,998205} = 1,1648 \text{ cm}^3$$

produkt:

$$18,9066 \text{ g}$$

$$19,8421 \text{ g} \rightarrow 0,9355 \text{ g}$$

$$20,7751 \text{ g} \rightarrow 0,9330 \text{ g}$$

$$21,7077 \text{ g} \rightarrow 0,9326 \text{ g}$$

$$\text{priemer: } 0,9337 \text{ g}$$

$$\rho = \frac{m}{V} = \frac{0,9337}{1,1648} = 0,8016 \text{ g.cm}^{-3}$$

Záver:

Výtťažok nie je vysoký, čoho príčinou môžu byť straty pri premývaní s NaOH (rozklad esteru) a pri destilácii – nízka teplota varu – časť esteru mohla odísť s vákuom.