



**VYSOKÁ ŠKOLA
CHEMICKO-TECHNOLOGICKÁ
V PRAZE**

LABORATOŘ OBORU

ÚSTAV ORGANICKÉ TECHNOLOGIE (111)

L

Esterifikace

Vedoucí práce: Ing. Marie Křivská

Umístění práce: laboratoř 77b

ESTERIFIKACE

Laboratoř 77b

Vedoucí práce: Ing. Marie Křivská

1. Úvod

Nejdůležitější metodou přípravy esterů karboxylových kyselin je přímá esterifikace volných kyselin. Esterifikace je reakce mezi karboxylovou kyselinou a alkoholem a lze ji vyjádřit obecnou rovnicí: $\text{R-COOH} + \text{R}_1\text{OH} \xrightleftharpoons{\text{H}^+} \text{RCOOR}_1 + \text{H}_2\text{O}$ Následkem malé reaktivity karbonylové skupiny reagují karboxylové kyseliny s alkoholy jen pomalu. Přidáním silné kyseliny (sírové, bezvodého chlorovodíku, sulfonových kyselin, kyselých ionexů) se může esterifikace značně urychlit.

Rychlost esterifikace karboxylové kyseliny je tím vyšší, čím je pozitivnější její karbonylový uhlík, tzn. čím je kyselina silnější. Velký vliv na průběh esterifikace mají stérické poměry. Rychlost esterifikace klesá se zvětšujícím se objemem alkylového zbytku, vázaného na karboxylovou skupinu, a se zvětšujícím se objemem molekuly alkoholu. Také reaktivita alkoholů klesá od primárních alkoholů k terciálním. Ve stejném pořadí se zvyšuje za podmínek reakce (silně kyselé prostředí) snaha tvořit ethery, popř. olefiny z alkoholů. Přípravu esterů terciálních alkoholů přímou esterifikací lze proto provádět jen s velmi nízkými výtěžky.

Esterifikace je rovnovážná reakce. Poloha esterifikační rovnováhy není nijak zvlášť příznivá. Může být posunuta vpravo tehdy, použije-li se 2-10 násobného přebytku jedné výchozí látky, většinou levnějšího alkoholu, nebo když se z reakční směsi neustále odstraňují produkty reakce, tj. ester, nebo voda.

V nejjednodušším případě se váže vznikající voda na kyselinu přidanou jako katalyzátor (kyselina sírová, chlorovodík). Odstraňování vody azeotropní destilací je mnohem výhodnější především u citlivých sloučenin, protože se může při této metodě použít menšího množství a méně agresivního katalyzátoru. Volba organické složky azeotropní směsi se řídí bodem varu nejnižší vroucí složky reakční směsi. Pro přípravu ethyl- nebo propylesterů se dá použít chloroformu nebo tetrachlormethanu. Vyšší alkoholy, počínaje butanolem, tvoří samy azeotropní směsi s vodou, takže se nemusí přidávat další organická složka.

2. Cíl práce: Příprava butylsorbátu azeotropní esterifikací

3. Aparatura a pracovní postup:

Aparatura sestává z trojhrdlé 100 ml baňky, opatřené teploměrem, azeotropickým nástavcem se zpětným chladičem, který je uzavřen chlorkalciovým uzávěrem. Baňka je zahřívána na olejové lázni na IKA s regulací teploty.

Do baňky se předloží (0,13 mol) 15 g kyseliny sorbové, (0,40 mol) 30 g 1-butanolu a 0,5 g kyseliny p-toluensulfonové jako katalyzátoru (vložit míchadlo nebo varný kamínek!). Reakční směs se zahřeje na teplotu 120 °C (teplota lázně cca 150°C) a udržuje se při teplotě refluxu tak dlouho, dokud se v azeotropickém nástavci nepřestane vylučovat voda.

Po oddělení teoretického množství vody se přestane se zahříváním. Reakční směs se po ochlazení zneutralizuje (katalyzující kyselina) 5 %ním roztokem uhličitanu sodného a 3 x vodou do neutrální reakce. V případě zhoršeného dělení přidáme cca 10 ml n-hexanu. Vodnou fázi extrahujeme n-hexanem. Organické fáze se spojí a na rotační vakuové odparce se odpaří přebytečné rozpouštědlo. Získá se tak surový ester kyseliny sorbové.

4. Použité chemikálie:

Esterifikace:

kyselina sorbová

1-butanol

kyselina p-toluensulfonová

Isolace:

n-hexan

5 %ní roztok Na₂CO₃

5. Použité techniky:

vážení, azeotropní esterifikace, extrakce, sušení, filtrace, práce s rotační vakuovou odparkou

6. Úkoly:

- 1/ U používaných chemikálií zjistit nejdříve z databáze MSDS (Material Safety Data Sheets) bezpečnostní listy (rizikové vlastnosti chemických látek).
- 2/ Sestavení aparatury a provedení azeotropické esterifikace.
- 3/ Výpočet teoretického množství vody, které vznikne při esterifikaci.
- 4/ Výpočet množství 5%ního roztoku Na₂CO₃ potřebného k neutralizaci p-toluensulfonové kyseliny.
- 5 / Vyhledat body varu použitého alkoholu, azeotropní směsi a připraveného esteru.
- 6/ Výpočet teoretického a skutečného výtěžku (zvážením surového produktu) esteru kyseliny sorbové.