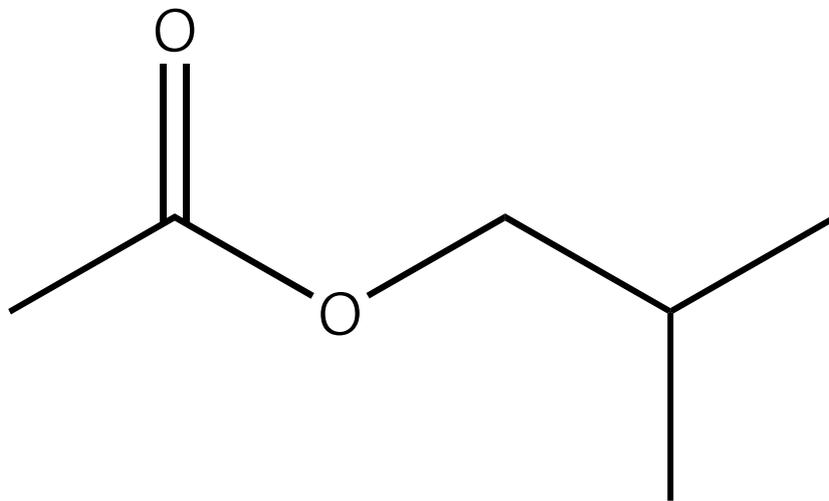


Synthese von

# Isobutylacetat



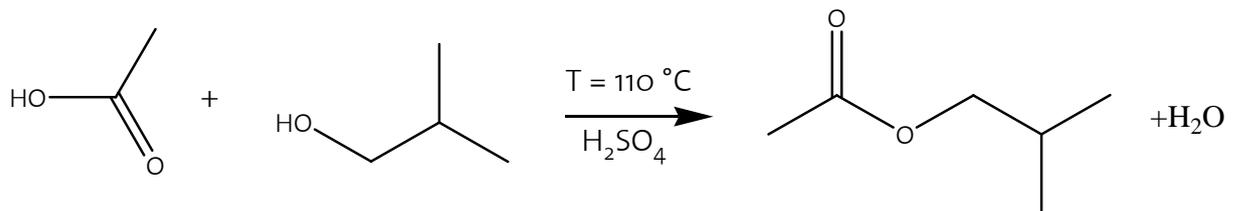
# 1. Einleitung<sup>1</sup>

Carbonsäure bilden mit Alkoholen zusammen Ester und Wasser. Niedrige Carbonsäureester sind stark flüchtig und sind durch einen fruchtartigen Geruch ausgezeichnet. Diese kommen in geringen Mengen auch in reifen Früchten vor und können auch als Lösungsmittel verwendet werden.

Isobutylacetat wurde aus Isobutanol und Essigsäure mit Schwefelsäure hergestellt und hat den Geruch von Banane.

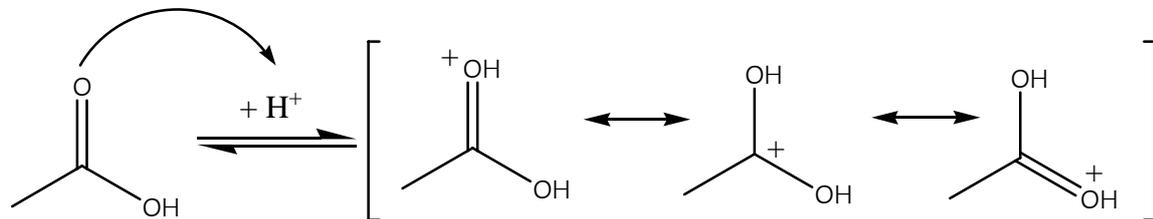
## 2. Reaktionsmechanismus

### 2.1. Bruttogleichung

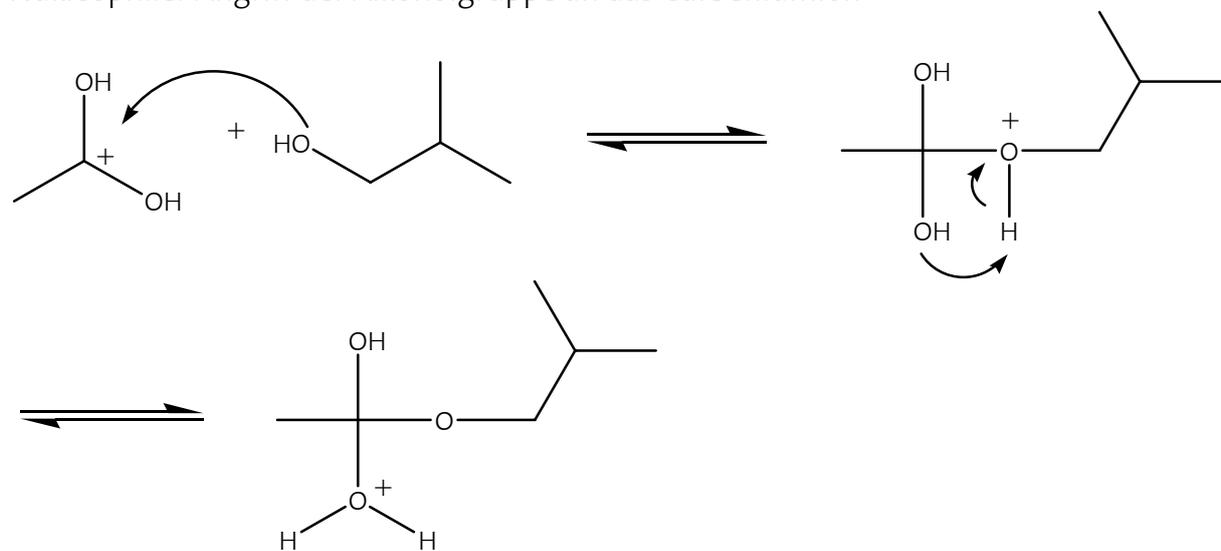


### 2.2. Reaktionsverlauf

Protonierung der Essigsäure

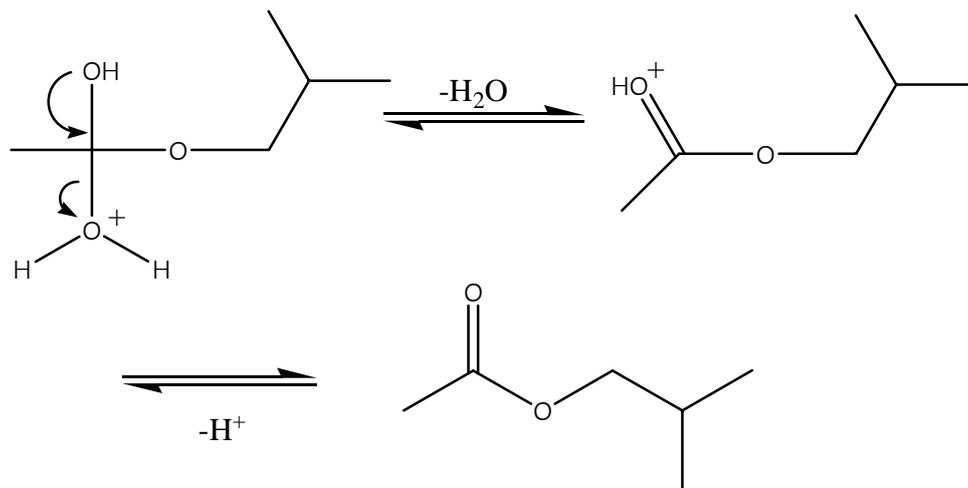


Nukleophiler Angriff der Alkoholgruppe an das Carbeniumion



<sup>1</sup> <http://www.guidobauersachs.de/>

## Wasserabspaltung und Deprotonierung



## 3. Experimentelle Ausführung<sup>2</sup>

### 3.1. Ansatz<sup>3</sup>

Substanz	Isobutylalkohol	Essigsäure	Schwefelsäure
Molmasse [g/mol]	74.12	60.05	98.08
Dichte [g/cm <sup>3</sup> ]	0.802	1.05	1.84
Menge [mmol]	250	600	28
	23.4 ml	34.5 ml	5.0 ml
Equiv.	1.00	2.40	0.11

### 3.2. Durchführung

Zu 23.4 ml Isobutylalkohol und 34.5 ml Essigsäure wurden in einem 250 ml-Rundkolben unter Rühren 5.0 ml konzentrierte Schwefelsäure hinzugegeben. Das Gemisch wurde während 2.5 Stunden unter Rückfluss auf 110 °C erhitzt. Jede halbe Stunde wurde eine Kontrolle mit Hilfe der Dünnschichtchromatographie (Laufmittel: 2:1 Hexan : Essigester; UV / KMnO<sub>4</sub>) durchgeführt.

Das Reaktionsgemisch wurde mit der zweifachen Menge Wasser im Scheidetrichter gewaschen, die Phasen getrennt und die wässrige Phase wurde weitere zweimal mit Methylenchlorid extrahiert. Die organischen Phasen wurden vereinigt, mit Natriumhydrogencarbonat gewaschen und anschliessend über Magnesiumsulfat getrocknet. Das Magnesiumsulfat wurde abfiltriert und die wasserfreie organische Phase wurde bei 40 °C und 500 mbar eingedampft. Der Rückstand wurde destilliert; dabei bildeten sich drei Fraktionen. Die erste von 22 – 55 °C, die zweite von 55 – 112 °C und die dritte bei 112 – 91 °C. Die erste Fraktion bestand aus Methylenchlorid, die anderen beiden waren identisch und enthielten das gewünschte Produkt. Man erhielt 12.9 g (44%) einer klaren Flüssigkeit.

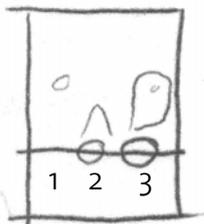
<sup>2</sup> Nach Anleitung der Assistentin

<sup>3</sup> <http://chemdat.merck.de>

## 4. Charakterisierung des Produkts

### 4.1. Dünnschichtchromatographie

Laufmittel: 2:1 Hexan : Essigester



- 1 Alkohol
- 2 Alkohol und Produkt
- 3 Produkt

### 4.2. Brechungsindex

Es wurde bei Fraktion 2 und 3 der Brechungsindex von 1.388 bei 25.4 °C gemessen. Der Literaturwert<sup>4</sup> beträgt 1.389 - 1.391.

### 4.3. Infrarotspektrum

#### Fraktion 2

Banden [cm <sup>-1</sup> ]	2967 (m)	2879 (w)	2045 (w)
Interpretation	CH <sub>3</sub> / CH <sub>2</sub> (stretching)	CH <sub>3</sub> / CH <sub>2</sub> (stretching)	
Banden [cm <sup>-1</sup> ]	1747 (s)	1473 (m)	1380 (m)
Interpretation	C=O	CH <sub>3</sub> / CH <sub>2</sub> (bending)	C-O
Banden [cm <sup>-1</sup> ]	1238 (s)	1038 (m)	
Interpretation	C-O	C-O (stretch)	

#### Fraktion 3

Banden [cm <sup>-1</sup> ]	2965 (m)	2878 (w)	1748 (s)
Interpretation	CH <sub>3</sub> / CH <sub>2</sub> (stretching)	CH <sub>3</sub> / CH <sub>2</sub> (stretching)	C=O
Banden [cm <sup>-1</sup> ]	1472 (w)	1380 (m)	1239 (s)
Interpretation	CH <sub>3</sub> / CH <sub>2</sub> (bending)	C-O	C-O
Banden [cm <sup>-1</sup> ]	1038 (m)		
Interpretation	C-O (stretch)		

Referenzspektrum im Anhang<sup>5</sup>

<sup>4</sup> <http://chemexper.com/>

#### 4.4. Geruch

Bei der Probe wurde ein süßlicher Geruch festgestellt, der an Klebstoff aus dem Modelbaubereich erinnert. Der verdünnte Ester erinnert an den Geruch von reifen Bananen<sup>1</sup>.

### 5. Sicherheit und Toxikologie<sup>5</sup>

#### Isobutylalkohol (2-Methyl-1-propanol)

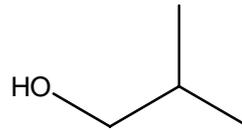
- $M = 74.12 \text{ g/mol}$
- $\text{Sdp.} = 106 - 108 \text{ }^\circ\text{C}$
- $\text{Smp.} = -108 \text{ }^\circ\text{C}$
- Sicherheit:

R 10-37/38-41-67

S 7/9-13-26-37/39-46

Flammpunkt bei  $28 \text{ }^\circ\text{C}$ ! Augen und Haut schützen. Dämpfe können zu Schläfrigkeit führen. Flasche dicht verschliessen.

WGK 1 (schwach wassergefährdend)



#### Essigsäure (Methancarbonsäure)

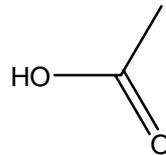
- $M = 60.05 \text{ g/mol}$
- $\text{Sdp.} = 116 - 118 \text{ }^\circ\text{C}$
- $\text{Smp.} = 17 \text{ }^\circ\text{C}$
- Sicherheit:

R 10-35

S 23.2-26-45

Handschuhe und Schutzbrille tragen, ätzende Flüssigkeit, Dämpfe nicht einatmen.

WGK 1 (schwach wassergefährdend)



#### Schwefelsäure

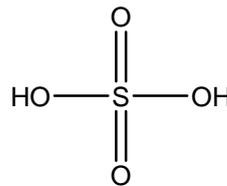
- $M = 98.08 \text{ g/mol}$
- $\text{Sdp.} = \sim 335 \text{ }^\circ\text{C}$
- Sicherheit:

R 35

S 26-30-45

Handschuhe und Schutzbrille tragen – bei Kontakt sofort gründlich abspülen, verursacht starke Verätzungen. Niemals Wasser in die Säure giessen!

WGK 1 (schwach wassergefährdend)



<sup>5</sup> [www.chemdat.merck.de](http://www.chemdat.merck.de)

### Isobutylacetat (Essigsäureisobutylester)

→  $M = 116.16 \text{ g/mol}$

→  $\text{Sdp.} = 116 - 118 \text{ }^\circ\text{C}$

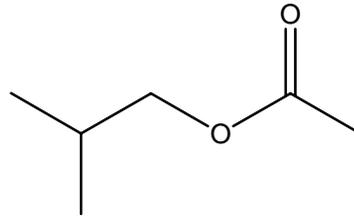
→ Sicherheit:

R 11-66

S 16-23.2-25-29-33

Handschuhe und Schutzbrille tragen, von Zündquellen fernhalten, leicht entzündlich.

WGK 1 (schwach wassergefährdend)



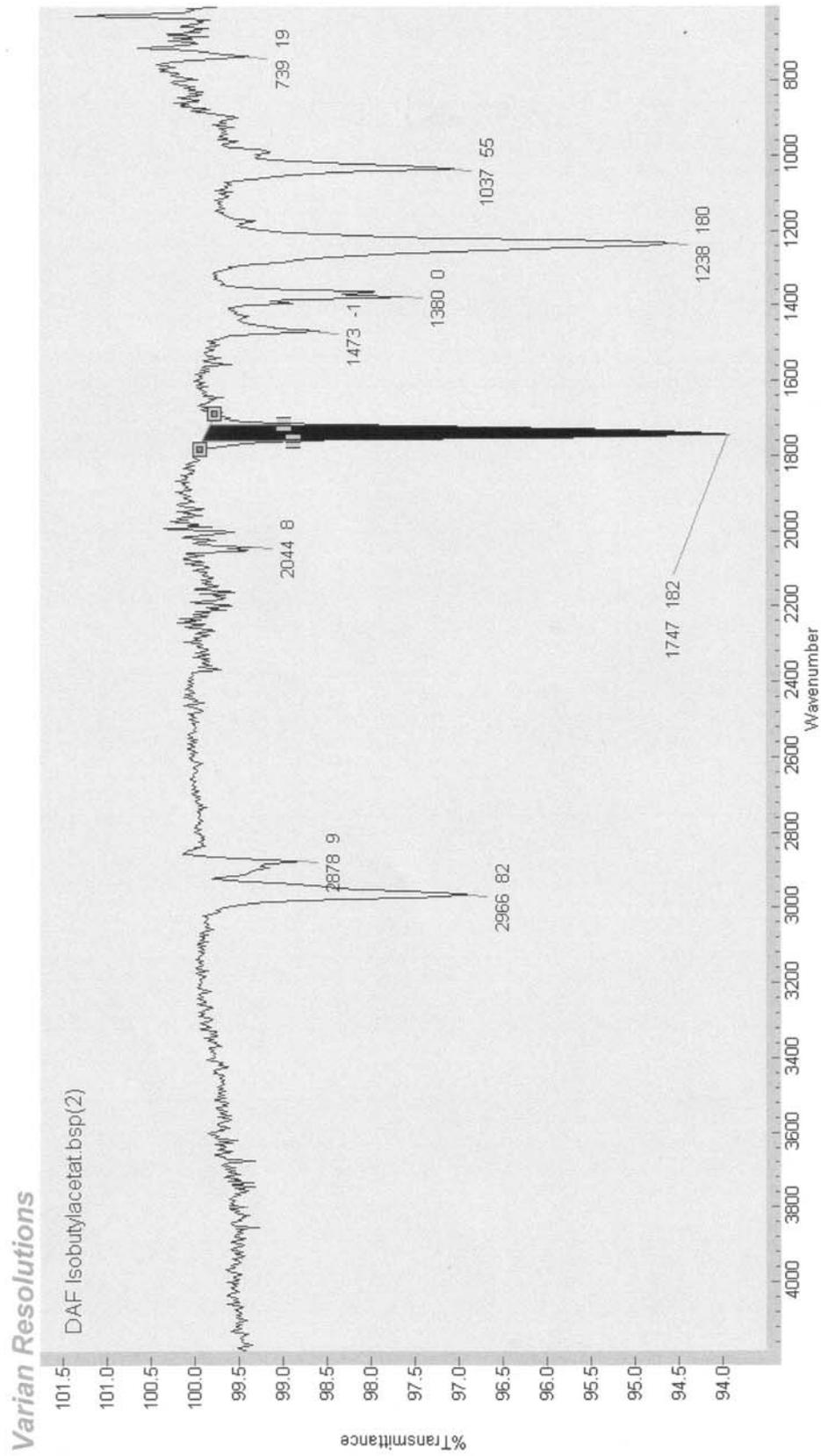
## 6. Bemerkungen

Die ersten 4 DCs hatten noch jeweils einen grossen stationären Punkt und sehr wenig Produkt gezeigt. Das fünfte und letzte DC nach 2.5 Stunden, das durchgeführt wurde, zeigte immer noch einen grossen stationären Punkt, doch die Reaktanden waren gut mit  $\text{KMnO}_4$  sichtbar.

Die erste Fraktion beim Destillieren wurde auf Grund der Siedetemperatur ohne Kontrolle verworfen. Bei der Destillation blieb ein brauner Rückstand zurück, welcher ebenfalls verworfen wurde. Die Ausbeute betrug 12.9 g (44%) einer klaren Flüssigkeit. Probleme traten keine auf.

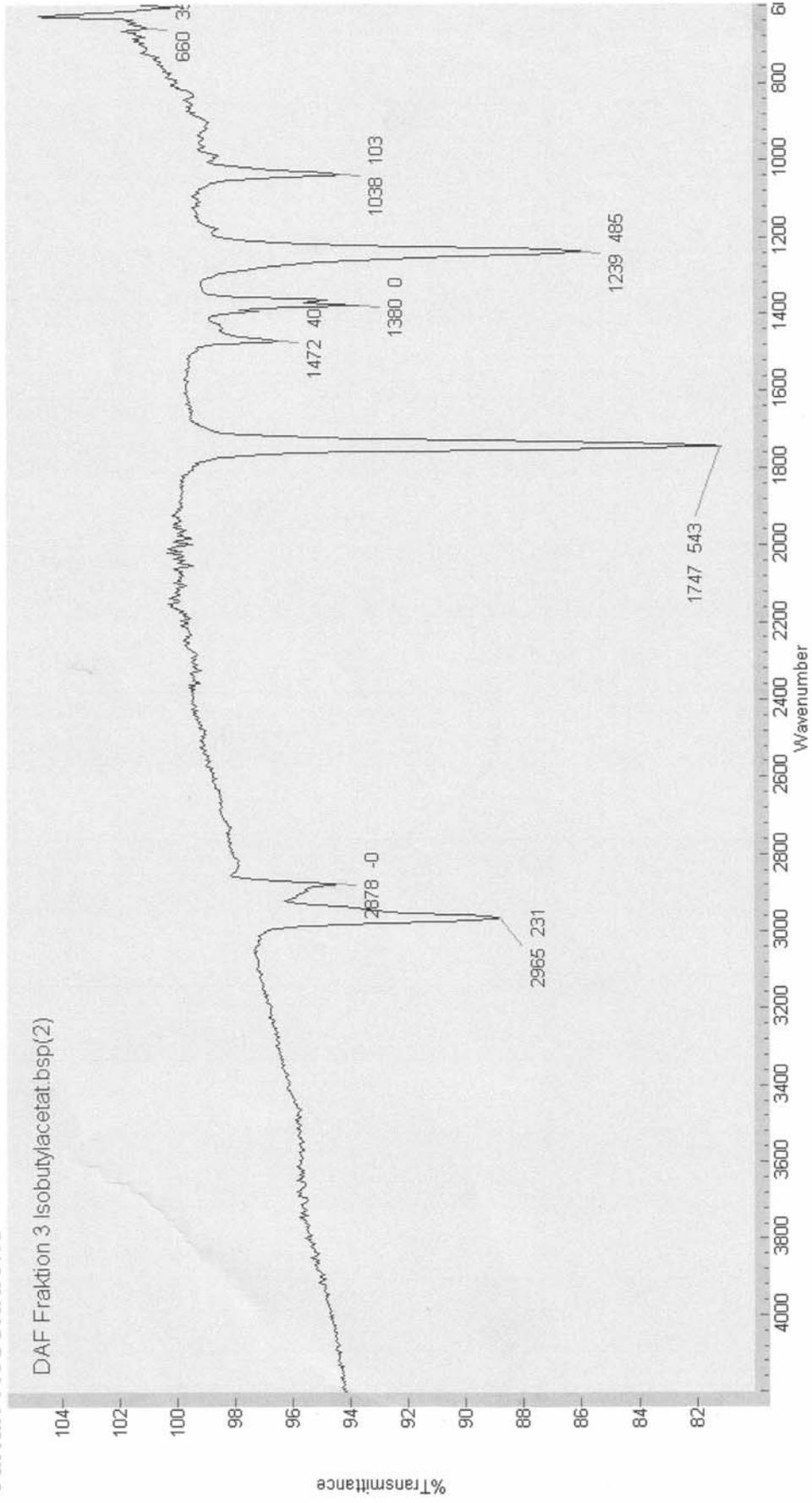
# 7. Anhang

## 7.1. Gemessene Infrarotspektren



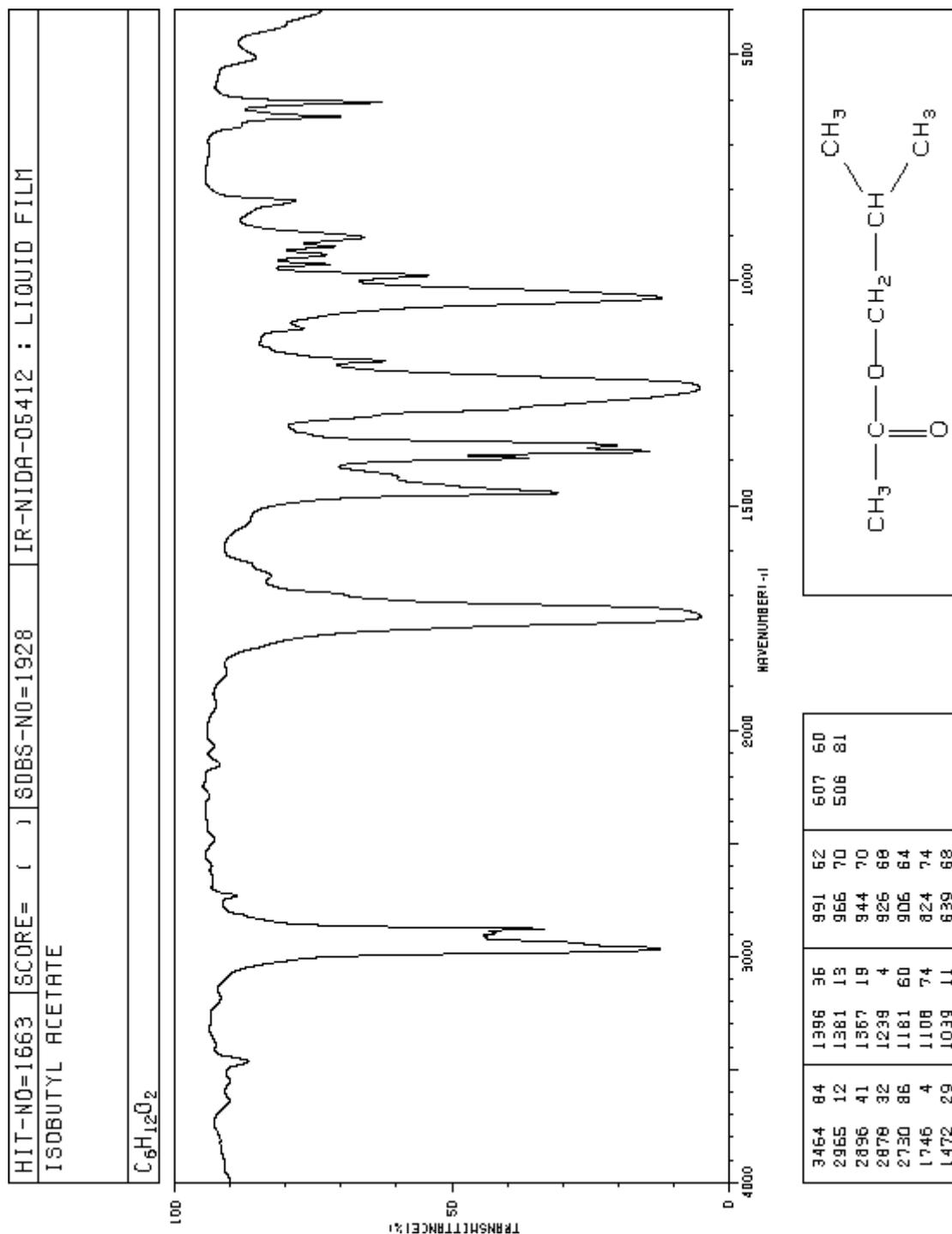
Fraktion 2

Varian Resolutions



Fraktion 3

## 7.2. Referenzspektrum<sup>6</sup>



<sup>6</sup> [http://www.aist.go.jp/RIODB/SDBS/cgi-bin/direct\\_frame\\_top.cgi?lang=eng](http://www.aist.go.jp/RIODB/SDBS/cgi-bin/direct_frame_top.cgi?lang=eng)

7.3. Laborjournal

Synthese Isobutylacetat

9/5/06

2

23,4 ml Isobutylalkohol (> 99,5%)  
 34,5 ml Essigsäure (99% - 100%)

→ rühren

5 ml konz.  $H_2SO_4$  ( )

→ abkühlen + Rücklaufkühlen

Start Rückfluss: 13:10

Ende - " - :

DL Test: Hexan: Essigester 2:1



DL nach 30 min: keine Wanderung → evtl.  $H_2SO_4$  unter UV sichtbar, ist  $H_2SO_4$ !

DL nach 60 min, kein Wanderung

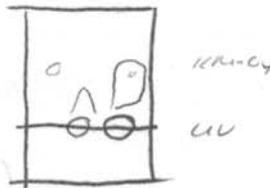
DL nach 90 min, Alkoholsichtbar

DL nach 120 min,  $H_2SO_4$  → oben grosser Fleck kein Start  
 Schmelz

180 min kochen  
 → Scheidetrichter

$H_2O$  + Substanz

Gang auf die Seite



↳  $H_2O$  → 2 mal Methylencchlorid gewaschen

Natriumhydrogencarbonat → Säure

→  $MgSO_4$  getrocknet → filtriert

aus rotieren 40°C und 500ml

15/05/06 3

Rest

- ① 40,7840 g
- ② 40,9691 g
- ③ 48,1113 g
- ④ 38,8260 g

Kolben 105,003 g

1 Fraktion 22°C - 38,9°C - 47,3°C - 55°C

langsam steigend

2 Fraktion 55°C - 110°C / 111°C - 112°C -

3 Fraktion 112°C - 91°C

- ① 58,3657 g
  - ② 58,9455 g
  - ③ 50,1715 g
  - ④ nicht gebraucht
- Kolben: 106,421

Methylacrylat

IR und Brechindex  $n_{25,4} = 1,388+$

IR

$n_{25,3} = 1,388$