

Synthese von Buttersäure

Geräte:

Magnetrührer mit Heizplatte und Magnetrührstäbchen, Waage, Messzylinder 10 ml, Scheidetrichter, Becherglas 600 ml, Becherglas 250 ml, Becherglas 50 ml, Becherglas 25 ml, Uhrglasschale

Chemikalien:

1-Butanol (C, F, Xi)



Kaliumpermanganat (C, N, O, Xi)



Natriumcarbonat (Xi)



Diethylether (F, Xi)



Schwefelsäure konz. (C)



Wasserstoffperoxid 3 %

Natriumchlorid

Magnesiumsulfat

Buttersäure (C, Xi)



Hinweis: Buttersäure riecht sehr unangenehm - das Arbeiten im Abzug ist empfehlenswert.

Durchführung:

Es werden 1,5 g Natriumcarbonat (14 mmol) und 14 g Kaliumpermanganat (89 mmol) in 275 ml Wasser gelöst. Sobald das Kaliumpermanganat komplett in Lösung gegangen ist, werden 6,2 ml 1-Butanol (67 mmol) hinzugegeben und das Becherglas mittels Uhrglasschale zweckmäßig abgedeckt. Insgesamt wird der Ansatz 36 h bei Raumtemperatur gerührt, wobei schon nach 10 h eine deutliche Braunfärbung zu beobachten ist. Nach 36 h wird dann mit Wasserstoffperoxid nicht umgesetztes Kaliumpermanganat zerstört (Gasentwicklung: Die Lösung kann überschäumen), dazu sind ungefähr 20 ml erforderlich. Ausgefallenes Mangandioxid wird durch Filtration entfernt. Das Filtrat sollte klar sein und wird auf 40 ml eingeeengt.

In einem Scheidetrichter wird die Lösung einmal mit 10 ml Diethylether extrahiert, um Butanal und 1-Butanol zu entfernen. Anschließend wird der pH-Wert der Lösung mit konz. Schwefelsäure vorsichtig auf pH 1 eingestellt. Dabei scheidet sich die Buttersäure als Schicht ab und wird abgetrennt, während die wässrige Phase noch zweimal mit je 10 ml Diethylether extrahiert wird. Die vereinigten organischen Phasen werden mit gesättigter Natriumchlorid-Lösung gewaschen und mit Magnesiumsulfat getrocknet.

Der Diethylether wird durch Verdunsten entfernt. Auf eine Destillation der Buttersäure musste aufgrund des geringen Volumens verzichtet werden.

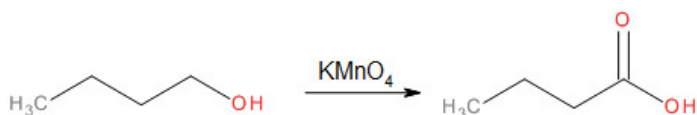
Ausbeute: 3,94 g (66,8 % d.Th.)

Entsorgung:

Mangandioxid wird mit Wasser gewaschen und kann weiterhin verwendet werden oder kommt zu den Schwermetallabfällen. Kleine Mengen Diethylether werden durch Verdunsten entsorgt, größere Mengen recycelt oder dem Behälter für halogenfreie Lösungsmittel zugeführt. Die wässrigen Phasen können nach dem Neutralisieren dem Abwasser zugeführt werden.

Erklärung:

Kaliumpermanganat oxidiert im basischen 1-Butanol zur Buttersäure, während es selbst zu Mangandioxid reduziert wird.



Bilder:



Lösung aus Kaliumpermanganat, Natriumcarbonat und 1-Butanol nach dem Ansetzen



Entfernen von Mangandioxid durch Filtration



Einengen auf 40 ml



Abscheiden der Buttersäure

Literatur:

Vogel's textbook of practical organic chemistry