

AZEOTROPICKÝ NÁSTAVEC PRO ESTERIFIKACE V ROZPOUŠTĚDLECH LEHČÍCH NEŽ VODA, MODIFIKOVANÝ PRO POUŽITÍ MOLEKULOVÉHO SÍTA

JIŘÍ PODEŠVA

Ústav makromolekulární chemie, Akademie věd České republiky, Heyrovského nám. 2, 162 06 Praha 6
e-mail: podesva@imc.cas.cz

Došlo dne 21.I.2000

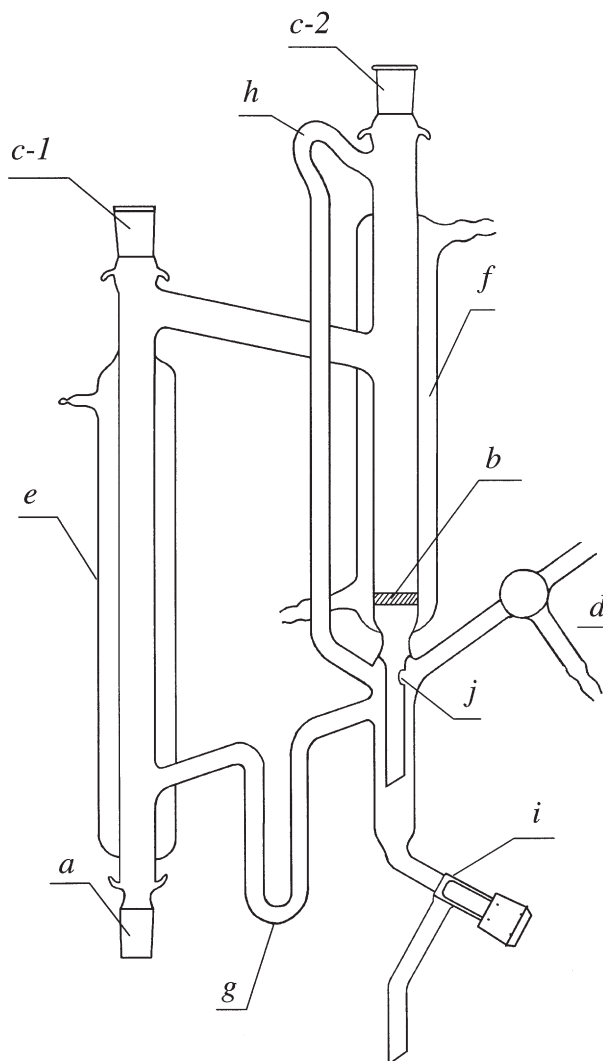
Klíčová slova: azeotropický nástavec, esterifikace, molekulové síto

1. Úvod

Azeotropické nástavce se běžně používají při organických preparacích^{1,2}, při kterých se uvolňuje reakční voda, např. při esterifikacích, prováděných v rozpouštědlech tvořících s vodou azeotropickou směs. Někdy se však stává, že vroucí rozpouštědlo s sebou strhává malá množství nějaké látky, např. některé z reakčních komponent, která může působit jako kompatibilizátor směsi organické rozpouštědlo–voda, a místo ostře oddělených fází se v nástavci tvoří emulze. V některých případech se tento problém dá obejít tak, že přímo do reakční směsi vložíme aktivované molekulové síto, které reakční vodu váže (v takovém případě se lze obejít i bez nástavce, pouze se zpětným chladičem), ale tento postup není univerzální a může mít za následek nezanedbatelné ztráty produktu. Podle uspořádání navrženého v tomto příspěvku je molekulové síto umístěno tak, aby nepřišlo do styku s reagující směsí.

2. Technické provedení

V naší laboratoři se pro malé objemy reakční směsi a pro rozpouštědla lehčí než voda osvědčila následující konstrukce azeotropického nástavce, který kombinuje oddělování vody z azeotropu s jejím zachycováním v molekulovém sítu mimo vlastní reakční směs. Aparát dovoluje i provádění reakcí pod inertní atmosférou. Jeho funkce je zřejmá z obr. 1: baňka s reakční směsí se umísťuje na zábrus *a*, do prostoru nad fritu *b* se nasype aktivované molekulové síto; zábrus *c-1* může sloužit k připojení teploměru nebo dělicí nálevky, zábrus *c-2* pak k umístění probublávачky s vhodnou náplní pro kontrolu průchodu inertního plynu, přiváděného trojcestným kohoutem *d*; trubice *e* nemá funkci kolony, nýbrž slouží k vyvedení par nad úroveň molekulového síta s co nejmenšími tepelnými ztrátami (evakuovaný plášť je výhodný, ale lze jej samozřejmě nahradit jinou izolací); páry se po kondenzaci vodním chladičem *f* a zachycení vody sítím vracejí zpět do baňky sifonem *g*; tlakový gradient, který vždy vzniká mezi prostorem nad sítím a pod fritou *b*, je nutné vyrovnávat trubicí *h*. (Frita *b* může někdy „rozrážet“ eventuální stékající emulzi, takže se lze v některých případech obejít bez molekulového síta a vznikající vodu oddělit kohoutem *i*.)



Obr. 1. Azeotropický nástavec: Všechny zábrusy (*a*, *c-1*, *c-2*) jsou NZ-14; *b* je vtavená frit s velkou porozitou (S-0), *d* trojcestný kohout pro přívod inertního plynu, *e* evakuovaný izolační plášť, *f* vodní chladič, *g* sifon pro zpětný tok rozpouštědla, *h* trubice pro vyrovnávání tlakového rozdílu, *i* teflonový kohout (např. Rotaflon) pro event. vypouštění reakční vody, *j* otvor ve stonku

3. Příklady použití

Uvedená aparatura byla s úspěchem použita pro následující dvě esterifikace, vyžadující šetrné podmínky: *i*) příprava 6-sulfanylhexyl-3-(3,5-di-*tert*-butyl-4-hydroxyfenyl)propanoátu z kyseliny 3-(3,5-di-*tert*-butyl-4-hydroxyfenyl)propanové a 6-sulfanylhexan-1-olu, *ii*) příprava 3-(3,5-di-*tert*-butyl-4-hydroxyfenyl)propyl-3-sulfanylpropanoátu z 3-(3,5-di-*tert*-butyl-4-hydroxyfenyl)propan-1-olu a kyseliny 3-sulfanylpropanové. V obou případech bylo použito molekulové síto (typ 4A, 8×12 mesh, Union Carbide) aktivované v proudu dusíku při 300 °C, benzen jako rozpouštědlo a kyselina 4-methylbenzen-1-sulfonová jako katalyzátor. (Thioly jsou všeobecně citlivé vůči vzdušnému kyslíku, a proto byly obě esterifikace prováděny pod argonem.)

Tato publikace byla vypracována v rámci grantu č. A4072902, uděleného Grantovou agenturou Akademie věd České republiky.

LITERATURA

1. Kolektiv autorů: *Organická syntheses/Organikum*, str. 78. Academia, Praha 1971.
2. Keil B.: *Laboratorní technika organické chemie*, 2. vydání, str. 371. Nakladatelství Československé akademie věd, Praha 1963.

J. Podešva (*Institute of Macromolecular Chemistry, Academy of Sciences of the Czech Republic, Prague*): **An Azeotropic Adapter Designed for Small-Scale Esterifications Using Solvents Lighter than Water**

A glass apparatus has been designed for performing small-scale esterifications in solvents such as benzene. To prevent formation of solvent/water emulsion, water released is trapped by an active molecular sieve which is located outside the reaction mixture. The adapter can also be used for reactions under inert atmosphere. Two application examples are given.

Odborná skupina pro chemickou termodynamiku České společnosti chemické
a Katedra anorganické technologie Fakulty chemicko-technologické Univerzity Pardubice

pořádají seminář

**Teoretický a experimentální výzkum v oboru chemické a chemicko-inženýrské
termodynamiky na vysokých školách a akademických ústavech v České republice**

Termín: 12. září 2000 v rámci oslav 50. výročí založení Fakulty chemicko-technologické
Univerzity Pardubice

Místo konání: Fakulta chemicko-technologická Univerzity Pardubice

Kontaktní osoba: doc. Ing. Vratislav Velich, CSc., FCHT Univerzita Pardubice, nám. Legií 565,
532 10 Pardubice, tel. 040-512911, e-mail: vratislav.velich@upce.cz
