

Program Laboratorium z Chemii Organicznej wraz z opisem poszczególnych ćwiczeń

dla studentów kierunku Technologia Chemiczna

CZĘŚĆ 1: PODSTAWOWE TECHNIKI LABORATORYJNE, ĆWICZENIA WSTĘPNE

(opracowanie: dr inż. Magdalena Popławska, dr inż. Ewa Mironiuk-Puchalska, dr inż. Tomasz Rowicki)

Zakres programowy przedmiotu obejmuje:

- Zapoznanie studentów z zasadami pracy i techniką wykonywania doświadczeń w zakresie syntezy organicznej; analiza przepisu literaturowego i plan wykonania eksperymentu.
- Sposoby prowadzenia reakcji w różnych warunkach: podwyższonej i obniżonej temperaturze, w układzie homo i heterofazowym, z mieszaniem, w temperaturze wrzenia, z ciągłym dozowaniem reagenta.
- Metody wyodrębniania produktu z mieszaniny poreakcyjnej oraz oczyszczania związków organicznych: ekstrakcja, krystalizacja, destylacja (prosta, frakcyjna, pod zmniejszonym ciśnieniem, z parą wodną).
- Zapoznanie studentów z metodami identyfikacji i oceny czystości związków organicznych (temperatura topnienia, temperatura wrzenia, podstawowe zagadnienia analizy i interpretacji widm IR, ^1H NMR i ^{13}C NMR).
- Zapoznanie studentów z zasadami BHP w laboratorium syntezy organicznej. Analiza ryzyka dla planowanego eksperymentu, postępowanie z substancjami niebezpiecznymi. Klasyfikacja i segregacja powstających odpadów z uwzględnieniem BHP oraz ochrony środowiska

Program jest realizowany poprzez:

1. wykonanie siedmiu preparatów w tym:

- dwa preparaty wstępne, jednakowe dla wszystkich studentów w grupie, mające na celu zapoznanie studentów z podstawowymi technikami wydzielania produktu reakcji organicznej: ekstrakcja (z jednoczesną reakcją chemiczną) nieprzereagowanych substratów i/lub produktów ubocznych wraz z oczyszczeniem ciekłego związku docelowego metodą destylacji oraz odsączenie surowego stałego związku docelowego i jego oczyszczenie metodą krystalizacji).
- pięć preparatów wykonywanych indywidualnie, charakteryzujących się narastającym stopniem złożoności stosowanych technik reakcyjnych i obejmujących następujące zagadnienia: prowadzenie reakcji w układzie reakcyjnym z mieszaniem mechanicznym lub magnetycznym, prowadzenie reakcji w środowisku bezwodnym, pochłanianie gazowych produktów reakcji, prowadzenie reakcji w obniżonej/podwyższonej temperaturze, wkraplanie reagenta ciekłego, destylacja pod normalnym oraz pod zmniejszonym ciśnieniem, destylacja z parą wodną, krystalizacja z zastosowaniem węgla aktywnego, i ekstrakcja rozpuszczalnikami organicznymi w układzie ciecz-ciecz, suszenie cieczy organicznej środkiem suszącym, suszenie stałego związku organicznego, pomiar temperatury topnienia stałego związku organicznego.

2. Prowadzenie dziennika laboratoryjnego zawierającego:

- analizę widm IR, ^1H NMR oraz ^{13}C NMR otrzymanych produktów i ich porównanie z odpowiednimi widmami substratów organicznych i spektroskopowe określenie zmian strukturalnych wprowadzonych na drodze reakcji chemicznej. Opis widm z zasadami przyjętymi w wiodących czasopismach z dziedziny syntetycznej chemii organicznej (takie podejście do analizy widm związków organicznych ma w zamyśle zapoznanie studentów z

podstawowym i najczęstszym wykorzystaniem tych technik spektroskopowych w syntetycznej chemii organicznej).

- Analizę ryzyka dla planowanego eksperymentu, właściwości i zasady postępowania z substancjami niebezpiecznymi oraz zasady klasyfikacji i segregacji powstających odpadów z uwzględnieniem BHP oraz ochrony środowiska.

Zestawy ćwiczeń dla studentów uczestniczących w zajęciach laboratoryjnych na kierunku Technologia Chemiczna:

	Zestaw 1	Zestaw 2	Zestaw 3
	Nazwa produktu / ilość teoretyczna w molach (typ reakcji)	Nazwa produktu / ilość teoretyczna w molach (typ reakcji)	Nazwa produktu / ilość teoretyczna w molach (typ reakcji)
1.	Acetanilid / 0.10-0.15 (acetylowanie)	Acetanilid ^a / 0.10-0.15 (acetylowanie)	Acetanilid ^b / 0.10-0.15 (acetylowanie)
2.	Octan etylu / 0.35-0.45 (estryfikacja alkoholu)	Octan etylu / 0.35-0.45 (estryfikacja alkoholu)	Octan etylu / 0.35-0.45 (estryfikacja alkoholu)
3.	<i>m</i> -Dinitrobenzen ^b / 0.1-0.12 (aromatyczna substytucja Elektrofilowa, nitrowanie)	Kwas acetylosalicylowy (aspiryna) / 0.04-0.05 (estryfikacja fenolu)	<i>p</i> -Nitroacetanilid / 0.08-0.1 (aromatyczna substytucja elektrofilowa, nitrowanie)
4.	Biodiesel / 0.4-0.5 (transestryfikacja)	<i>p</i> -Bromoacetanilid / 0.08-0.1 (aromatyczna substytucja elektrofilowa, bromowanie)	<i>p</i> -Jodonitrobenzen / 0.05-0.07 (diazowanie)
5.	Jodobenzen / 0.1-0.15 (diazowanie)	Kw. <i>o</i> -chlorobenzoesowy / 0.06-0.09 (diazowanie)	<i>o/p</i> -Nitrofenol / 0.08 (aromatyczna substytucja elektrofilowa, nitrowanie)
6.	<i>m</i> -Nitroanilina / 0.07-0.1 (redukcja gr. nitrowej)	Kw. cynamonowy / 0.08-0.1 (kondensacja Perkina)	Kw. <i>p</i> -toluilowy / 0.08-0.1 (r. haloformowa)
7.	<i>p</i> -Metyloacetofenon / 0.12-0.15 (acylowanie Friedla-Craftsa)	<i>p</i> -Metyloacetofenon / 0.12-0.15 (acylowanie Friedla-Craftsa)	<i>p</i> -Metyloacetofenon / 0.12-0.15 (acylowanie Friedla-Craftsa)
^a Posłuży do syntezy <i>p</i> -bromoacetanilidu (zestaw 2, poz. 4) ^b Posłuży do syntezy <i>p</i> -nitroacetanilidu (zestaw 3, poz. 3). ^c Posłuży do syntezy <i>m</i> -nitroaniliny (zestaw 1, poz. 6).			

Uwaga. Większość przepisów preparatywnych zostało zaczerpniętych z Preparatyki Organicznej A. Vogla. Do niektórych z nich wprowadzono pewne modyfikacje.

KRYSTALIZACJA – OCZYSZCZANIE STAŁEGO ZWIĄZKU ORGANICZNEGO

Podstawy teoretyczne dotyczące procesu krystalizacji – A. Vogel „Preparatyka Organiczna” (str. 85 – krystalizacja oraz 83 – sączenie pod zmniejszonym ciśnieniem, wyd. II, str. 138 – krystalizacja oraz 136 – techniki sączenia, wyd. III).

Krystalizacja w znaczeniu operacji jednostkowej ma na celu oddzielenie substancji będących zanieczyszczeniem interesującego nas związku stałego. Polega ona na rozpuszczeniu w podwyższonej temperaturze (zwykle w temperaturze wrzenia) zanieczyszczonego związku w odpowiednio dobranym rozpuszczalniku, oddzieleniu od gorącego roztworu zanieczyszczeń nierozpuszczonych (jeśli takie są) i ochłodzeniu roztworu. W niskiej temperaturze roztwór staje się przesycony, wskutek czego wytrąca się z niego część rozpuszczonych na gorąco kryształów, przede wszystkim związku głównego, a zanieczyszczenia pozostają w roztworze. Otrzymane kryształy oddziela się od roztworu (ługu pokrystalicznego) przez odsączenie pod zmniejszonym ciśnieniem. Osad przemywa się niewielką ilością zimnego rozpuszczalnika, przenosi z sączka na szkiełko zegarkowe, suszy i mierzy temperaturę topnienia, która jest parametrem charakterystycznym dla substancji stałych.

Dobierając rozpuszczalnik do krystalizacji należy zadbać, aby posiadał następujące właściwości:

- nie może reagować z substancją krystalizowaną,
- dobrze rozpuszcza krystalizowaną substancję w temperaturze wrzenia i stosunkowo słabo w temperaturze pokojowej,
- bardzo dobrze rozpuszcza zanieczyszczenia (pozostają wtedy w ługu pokrystalicznym), lub bardzo źle rozpuszcza zanieczyszczenia (wtedy usuwa się je poprzez sączenie na gorąco - pozostają na sączku),
- ma stosunkowo niską temperaturę wrzenia aby można było łatwo usunąć go z powierzchni kryształów,
- powinien być (jeśli jest to możliwe) mało toksyczny, niepalny i tani.

Zestaw aparatury używany do krystalizacji zależy od parametrów stosowanego rozpuszczalnika. Jeżeli rozpuszczalnikiem jest woda można użyć zwykłej kolby stożkowej i nie jest konieczne zastosowanie chłodnicy zwrotnej. Pary rozpuszczalnika są niepalne i nietoksyczne. Jeżeli rozpuszczalnikiem jest alkohol etylowy, bądź inny rozpuszczalnik organiczny, należy zestawić aparaturę składającą się z kolby kulistej i chłodnicy zwrotnej. Do ogrzewania kolby należy stosować czaszę elektryczną, lub łąźnię grzejną (wodną, olejową). Niewskazane jest bezpośrednio ogrzewanie ogniem, np. za pomocą palnika, gdyż może to powodować lokalne przegrzania, utrudniające kontrolowany przebieg operacji oraz będące źródłem zanieczyszczeń (przez rozkład termiczny), ponadto w oczywisty sposób zwiększa zagrożenie pożarem, gdyż większość rozpuszczalników organicznych jest palna.

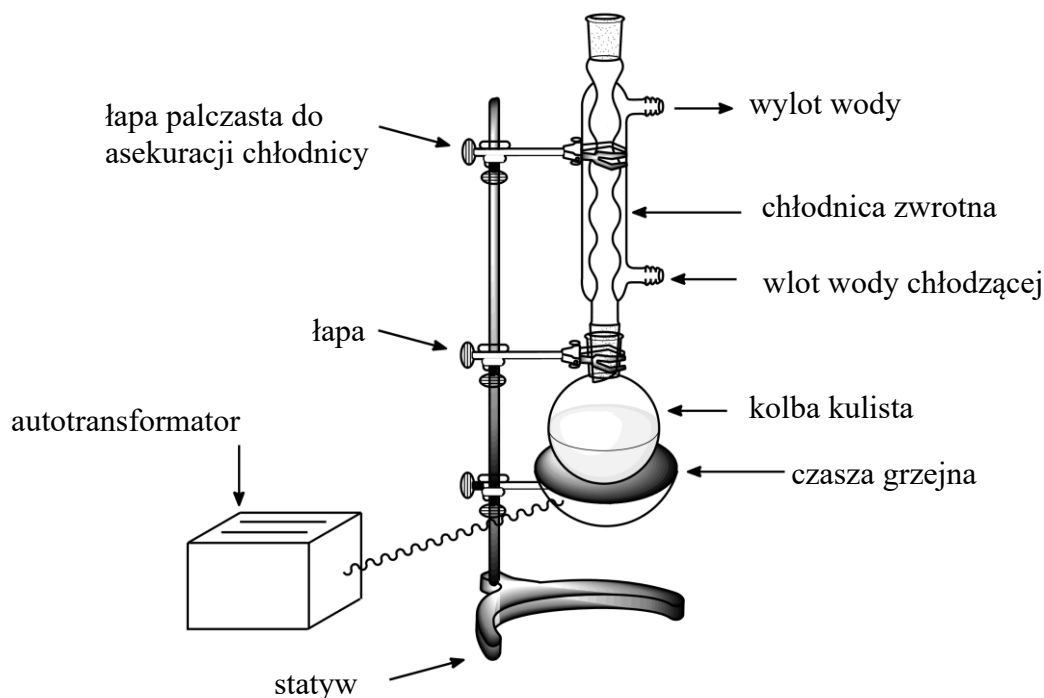
Odsyłacze do Internetu:

<https://www.youtube.com/watch?v=JZL6p5QfmYA>
<https://www.youtube.com/watch?v=5M0QhbmCFQg>
<https://www.youtube.com/watch?v=7LBGQHjgHEw>
https://www.youtube.com/watch?v=PU_weGmJ34M

WYKONANIE

Zestaw do krystalizacji składa się z kolby kulistej i chłodnicy zwrotnej (kulkowej), zamontowanych do tego samego statywu, tak aby środek ciężkości znajdował się nad jego podstawą. Kolbę mocuje się w łapie odpowiedniej wielkości, natomiast do chłodnicy lepiej jest użyć łapy czteropalczastej, przy czym łapa nie może ścisnąć chłodnicy, lecz ma funkcję asekuracyjną – zapobiega, aby chłodnica nie przechylała się na boki. Następnie podłącza się wodę do chłodnicy (dopływ od dołu), a koniec węża odprowadzającego wodę do studzienki ściekowej zaopatruje w zgiętą rurkę szklaną

(ewentualnie obciążoną na końcu gumowym korkiem), co zapobiega przypadkowemu wypadnięciu węża ze studzienki. Do ogrzewania zawartości kolby należy przygotować czaszę grzejącą pasującą wielkością do objętości kolby i ustawioną na podnośniku, lub przymocowaną do statywu oraz autotransformator. Umieszczenie czaszy stojącej na podnośniku zapewnia, w razie potrzeby, możliwość szybkiego usunięcia czaszy spod kolby. Z tego samego powodu, w przypadku stosowania czaszy mocowanej do statywu, należy zawiesić ją 10 – 20 cm nad podstawą statywu. Po zmontowaniu wszystkich elementów należy poprosić osobę prowadzącą zajęcia o sprawdzenie aparatury przygotowanej zgodnie z rysunkiem 1.

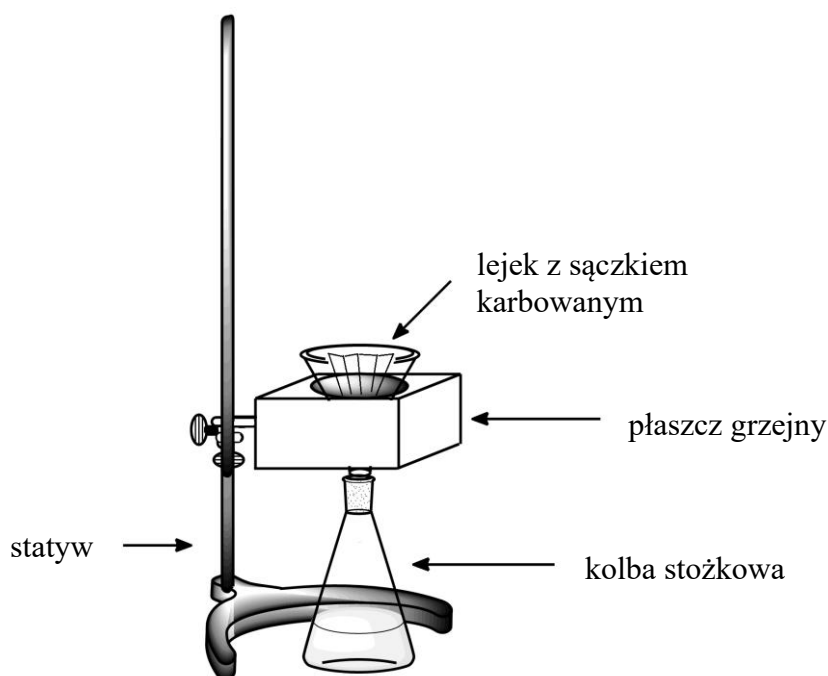


Rysunek 1. Zestaw do przeprowadzenia krystalizacji oraz do prowadzenia reakcji w temperaturze wrzenia mieszaniny.

Po zaakceptowaniu aparatury wykonuje się krystalizację zważonego uprzednio, surowego, związku stałego postępując według przedstawionych poniżej punktów.

1. Usuń z zestawu czaszę grzejącą i chłodnicę zwrotną.
2. Umieść związek przeznaczony do krystalizacji w kolbie kulistej, dodaj odmierzoną ilość rozpuszczalnika oraz kilka kamyków wrzennych. Jeśli nie jest znana rozpuszczalność oczyszczanego związku, należy empirycznie dobrać ilość rozpuszczalnika (patrz pkt. 6)
3. Jeśli podczas napełniania kolby, jej ścianki zostały zabrudzone z zewnątrz wyczyść je przed ponownym podstawieniem czaszy grzejącej.
4. Ponownie zamontuj chłodnicę zwrotną, otwórz kran doprowadzający wodę i ustaw łagodny przepływ.
5. Podstaw czaszę grzejącą aby dotykała kolby, podłącz przewód elektryczny do transformatora i regulując suwakiem transformatora moc grzania, doprowadź ciecz w kolbie do łagodnego wrzenia.
6. Po kilku minutach sprawdź czy osad rozpuścił się całkowicie; jeśli nie – dodawaj porcjami odmierzone porcje rozpuszczalnika (przez lejek umieszczony w chłodnicy), aż do rozpuszczenia osadu. Jeśli otrzymany roztwór jest klarowny i jasny (bezbarwny) przejdź do punktu 12, natomiast jeśli w miarę dodawania kolejnych porcji rozpuszczalnika nie obserwujesz wyraźnego zmniejszenia ilości osadu w wyniku jego rozpuszczania, nie dodawaj większej ilości rozpuszczalnika – być może stała pozostałość to zanieczyszczenia nierozpuszczalne w zastosowanym rozpuszczalniku.

7. Jednocześnie, zarówno jeśli osad rozpuścił się całkowicie, lub stwierdzona została obecność nierozpuszczalnego osadu, ale barwa klarownego roztworu nie jest zgodna z danymi literaturowymi, to w obydwu przypadkach należy podjąć próbę odbarwienia mieszaniny za pomocą węgla aktywnego.
8. W celu przeprowadzenia adsorpcji zanieczyszczeń na węglu odstaw czasę grzejną spod kolby, aby roztwór przestał wrzeć. Następnie unieś chłodnicę zwrotną (możesz na chwilę umocować ją w łapie używanej do asekuracji) i dodaj do kolby 1-2 łypatki węgla aktywnego (ok. 0,5 – 1g, przy czym gdy niepożądane zabarwienie jest bardzo intensywne można tą ilość zwiększyć). Sprawdź, czy kolba nie została przypadkiem obsypana z zewnątrz, ewentualnie usuń resztki węgla bibułką (patrz pkt. 3), a gdy kolba jest czysta podstaw z powrotem czasę i doprowadź roztwór do wrzenia na kilka minut.
9. Jednocześnie przygotuj zestaw do sączenia na gorąco zgodnie z rysunkiem 2. W tym celu zamontuj na statywie elektryczny płaszcz grzejny, włóż do niego duży lejek szklany i sączonek karbowany. Włącz ogrzewanie pokrętle i regulując moc ogrzej lejek sprawdzając ostrożnie dłonią jego temperaturę wewnątrz. Nie zapomnij podstawić pod lejek kolby stożkowej o odpowiedniej pojemności (aby cały roztwór się zmieścił)! Gdy lejek będzie miał temperaturę porównywalną z temp. wrzenia rozpuszczalnika użytego do krystalizacji wykonaj sączenie.
10. W tym celu usuń czasę spod kolby; gdy tylko jej zawartość przestanie wrzeć, zdejmij chłodnicę, natomiast kolbę wraz z łapą odłącz od statywu i trzymając za koniec łapy możliwie szybko przelej gorący roztwór na sączonek karbowany. Przykryj lejek szkiełkiem zegarkowym, lub kartką papieru, aby ograniczyć parowanie rozpuszczalnika, gdyż może ono spowodować ochłodzenie roztworu na sączku, a w konsekwencji przedwczesne wykrystalizowanie rozpuszczonego związku. Jeśli ilość cieczy/zawiesiny jest większa niż pojemność lejka, kolbę z pozostałą częścią trzymaj w czaszy grzejnej (zwróć uwagę na czystość czaszy), aby nie wystygła przed waniem na lejek z sączkiem karbowanym. Gdy cały roztwór/zawiesina znajdzie się na lejku poczekaj cierpliwie, aż sączenie dobiegnie końca.

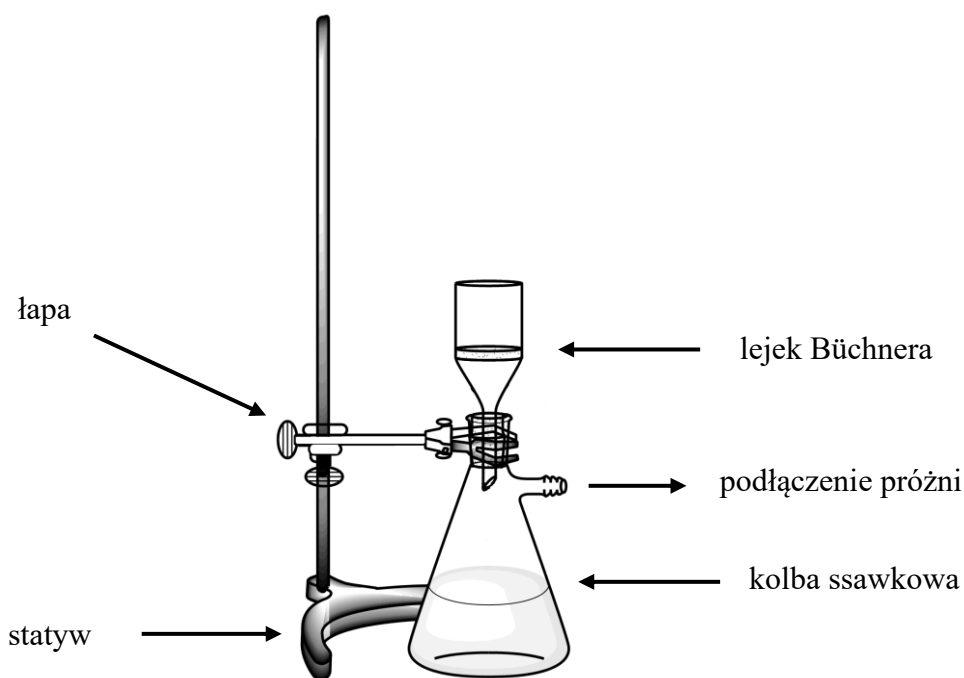


Rysunek 2. Zestaw do sączenia na gorąco.

11. Jeśli jednak doszło do niepożądanego krystalizacji związku w trakcie sączenia umieść sączonek wraz ze znajdującym się na nim osadem w używanej poprzednio kolbie, dodaj nową porcję rozpuszczalnika, kilka kamyków wrzennych i powtórz procedurę poczynając od punktu 3.
12. Schłódź kolbę z przesączem do temperatury pokojowej, lub niższej, zanurzając ją w łaźni lodowej. W trakcie chłodzenia, a często już podczas sączenia, gdy przesącz stygnie samorzutnie,

następuje krystalizacja oczyszczanego związku. Schłodzoną kolbę pozostaw jeszcze przez pewien czas (ok. pół godziny) w łaźni, aby krystalizacja dobiegła końca. Pamiętaj o schłodzeniu, w osobnej kolbie stożkowej, małej porcji czystego rozpuszczalnika do przemycia osadu.

13. Przymocuj do statywu czystą i suchą kolbę ssawkową z lejkiem Büchnera, używając łapy o odpowiedniej wielkości (rysunek 3). Z bibuły filtracyjnej wytnij sącdek dopasowany wielkością do lejka. Sącdek musi zakrywać wszystkie otwory w lejku, ale jednocześnie nie może zachodzić na brzegi lejka. Na dopasowany sącdek wlej około 1ml rozpuszczalnika używanego do krystalizacji, aby zwilżyć całą bibułę, podłącz pompkę wodną i sprawdź, czy bibuła dobrze przylega do przegrody w lejku Büchnera. Jeśli tak, rozmieszaj łąpatką ostudzony osad w erlenmajerce i wlej zawiesinę na lejek Büchnera, koniecznie przy włączonej pompce wodnej.



Rysunek 3. Zestaw do sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem.

14. Resztki kryształów, które trudno jest wygarnąć łąpatką, przenieś na sącdek zawracając przesącz z kolby stożkowej do erlenmajerki i ponownie wlewając otrzymaną zawiesinę na lejek Büchnera. Cały czas przy włączonej pompce wodnej ugniataj osad zagiętym końcem łąpatki, aby jak najdokładniej odcisnąć przesącz.
15. W celu całkowitego pozbycia się z osadu resztek ługu pokrystalicznego przemyj osad zimnym rozpuszczalnikiem (należy wcześniej schłodzić kolbkę z niewielką ilością rozpuszczalnika, najlepiej w łaźni razem z krystalizującą mieszaniną po sączeniu na gorąco). W tym celu odłącz pompkę wodną od kolby ssawkowej zdejmując wąż, a następnie zakręć pompkę (Nie odwrotnie!). Na osad w lejku Büchnera wlej niewielką ilość zimnego rozpuszczalnika i rozmieszaj z osadem za pomocą zagiętego końca łąpatki do otrzymania homogenicznej papki (uważaj by nie uszkodzić sącza). Użyj tylko tyle rozpuszczalnika, ile to konieczne. Niezwłocznie podłącz pompkę wodną i odsącz resztki ługu pokrystalicznego, jak poprzednio starannie ugniatając łąpatką osad.
16. Odłącz wąż od kolby ssawkowej i zakręć pompkę wodną. Osad przenieś na starowane szkieleto zegarkowe, krystalizator, lub pudełko z gładkiego papieru i zostaw do całkowitego wyschnięcia. Można to sprawdzić ważąc co jakiś czas naczynie z osadem (w praktyce laboratorium, w trakcie jednej pracowni osad niezwykle rzadko zdąży wyschnąć i to wyłącznie w przypadku krystalizacji z etanolu, trzeba więc poczekać do kolejnych zajęć. O innych sposobach suszenia ciał stałych - zob. A. Vogel, Preparatyka Organiczna.)
17. Próbkę przekrystalizowanego i wysuszonego związku rozetrzyj łąpatką. W otwarty koniec pobranej z pokoju laboranckiego kapilarki do mierzenia temperatury topnienia nabij kryształy na

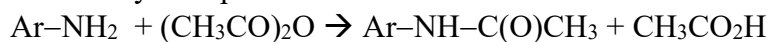
wysokość 2-3 mm. Postaw pionowo suchą wewnątrz chłodnicę destylacyjną, lub zwykłą rurkę szklaną na twardym podłożu (blat, podłoga, podstawa statywu, parapet) i wrzuć przez nią kapilarkę zatopionym końcem do dołu. Powtórz tę czynność, aż osad przesunie się na dno kapilarki.

18. Umieść kapilarkę w otworze aparatu do pomiaru temperatury topnienia. Regulując pokręteł potencjometru ustal intensywność ogrzewania. Na początku można grzać bardziej intensywnie, natomiast gdy temperatura zbliży się do około 10°C poniżej spodziewanej temperatury topnienia badanego związku, szybkość jej wzrostu nie może być większa niż 2°C na minutę.
19. Obserwuj kryształy w kapilarce. Zanotuj temperaturę T1, przy której pojawi się pierwsza kropla cieczy, a następnie temperaturę T2, przy której cała próbka ulegnie stopieniu. Podaj w dzienniku laboratoryjnym zakres T1-T2. Temperatura topnienia czystego związku powinna tylko nieznacznie różnić się od wartości literaturowej (dokładność termometru), a przedział T1-T2 nie powinien być większy niż 2°C. To ostatnie świadczy o homogenności próbki, a w połączeniu ze zgodnością z wartością literaturową potwierdza tożsamość związku.
20. Oblicz wydajność procesu krystalizacji ze wzoru:

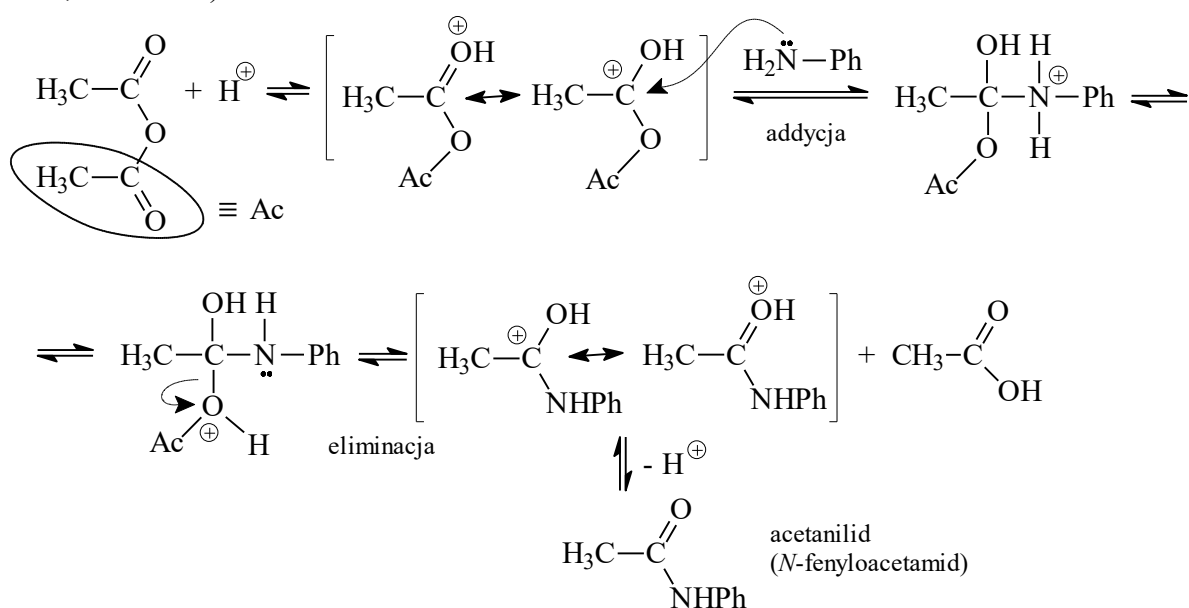
$$W = \frac{\text{masa osadu po krystalizacji}}{\text{masa substancji wziętej do krystalizacji}} * 100\%$$

ACETANILID

Pierwszorzędowe aminy aromatyczne ogrzewane z bezwodnikiem octowym łatwo reagują dając monoacetylowe pochodne.

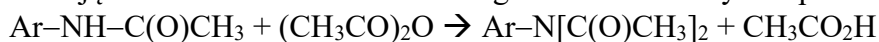


Jest to reakcja przebiegająca według mechanizmu addycji-eliminacji charakterystycznego dla przekształcania kwasów karboksylowych w ich pochodne (np. estryfikacja: kwas $\rightarrow$ ester) oraz jednych pochodnych kwasów karboksylowych w inne (np. omawiany przykład: bezwodnik $\rightarrow$ amid, schemat 1).



Schemat 1. Katalizowana kwasem synteza amidu z aminy i bezwodnika kwasowego.

Stosując nadmiar bezwodnika octowego można też otrzymać pochodne diacetylowe.



Są one jednak na tyle nietrwałe, że krystalizowane z wody ulegają hydrolizie do pochodnych monoacetylowych. Dzięki temu acetanilidy otrzymuje się łatwo i z wysokimi wydajnościami.

WYKONANIE

Uwaga: w trakcie dozowania reagentów czasza grzejna nie może pozostawać pod kolbą. Należy ją odstawić na bok, aby nie została zalana, lub obsypana chemikaliami. Jeśli kolba zostanie przypadkowo zabrudzona z zewnątrz, trzeba ją oczyścić przed podstawieniem czaszy.

W znajdującej się pod wyciągiem kolbie kulistej o poj. 100 ml umieszcza się około 14 g (14 ml, 0,15 mol) aniliny, a następnie waży zatkaną korkiem kolbę, aby dokładnie określić ilość substratu użytą do syntezy. Kolbę z aniliną chłodzi się i jednocześnie montuje na niej zestaw zgodnie z rys. 1, a następnie dodaje 14,6 g (14 ml, 0,24 mol) lodowatego (czyli 100%) kwasu octowego. Po wymieszaniu kolistym ruchem zawartości kolby oraz ponownym jej ochłodzeniu dodaje się 16,4 g (15 ml, 0,16 mol) bezwodnika octowego. Schłodzenie kolby przed dodaniem reagentów zapobiega niekontrolowanemu przebiegowi reakcji, ponieważ w trakcie ich mieszania wydziela się duża ilość ciepła. Wskazane jest też dodanie do reakcji 0,1 g pyłu cynkowego, gdyż dzięki właściwościom redukującym zapobiega on utlenianiu się aniliny podczas ogrzewania. Po sprawdzeniu czystości kolby i ewentualnym jej wytarciu z zewnątrz podstawia się czaszę grzejną, a następnie łagodnie ogrzewa mieszaninę w temperaturze wrzenia przez 30 minut.

Po upływie czasu potrzebnego na zajście reakcji przerywa się ją odstawiając czaszę grzejną. Po zdjęciu chłodnicy, wciąż gorącą ciecz wylewa się cienkim strumieniem do dużej zlewki zawierającej 200-300 ml zimnej wody, cały czas intensywnie mieszając łopatką zawartość zlewki. Po dokładnym oziębieniu, najlepiej w łaźni lodowej, lub przez dodanie kilku kostek lodu do zlewki (ale wtedy trzeba użyć wcześniej mniej wody); surowy produkt odsącza się pod zmniejszonym ciśnieniem stosując zestaw jak na rysunku 3. Po przemyciu niewielką ilością zimnej wody, starannym odessaniu przesączu, osad rozkłada się na bibule i suszy na powietrzu. Otrzymuje się ok. 18 g acetanilidu o tt. 112-113°C.

Surowy produkt poddaje się krystalizacji z wody (około 340ml, patrz szczegółowy opis krystalizacji). Jeśli osad nie został wysuszony przed krystalizacją, ilość wody należy dobrać empirycznie. W tym celu osad umieszcza się w zestawie do krystalizacji, dodaje 100ml wody, doprowadza mieszaninę do wrzenia i obserwuje, czy cały osad uległ rozpuszczeniu. Jeśli nie, dodaje się przez chłodnicę zwrotną kolejne porcje rozpuszczalnika (wody), zapisując jego ilość. W przypadku, gdy oleiste krople nie rozpuszczają się po dodaniu 200-300ml wody, należy dodać etanolu w ilości 5-10% objętościowych w stosunku do wody. Jeśli surowy produkt był lekko żółty, lub obserwowano zabarwienie mieszaniny (oleistych kropli) w trakcie krystalizacji, należy zastosować węgiel aktywny do adsorpcji barwnych zanieczyszczeń. W tym celu gorący roztwór acetanilidu w wodzie (z dodatkiem etanolu) należy lekko ostudzić, aby ustało wrzenie, dodać do niego niewielką ilość (0,5-1g) węgla aktywnego i ponownie doprowadzić do wrzenia. Równolegle należy przygotować płaszcz do sączenia na gorąco z lejkiem i przesączyć gorącą mieszaninę przez sączonek karbowany umieszczony w ww. zestawie (rysunek 2). Zebrany do kolby stożkowej przesącz należy dobrze ostudzić w lodzie, a następnie odsączyć wytrącony osad pod zmniejszonym ciśnieniem (rysunek 3). Po wyschnięciu finalnego produktu wykonuje się pomiar temperatury topnienia oraz określa wydajność syntezy, a także krystalizacji, jeśli to możliwe. Dla czystego związku o tt. 113-114°C wydajność syntezy wynosi około 14 g (70%).

EKSTRAKCJA

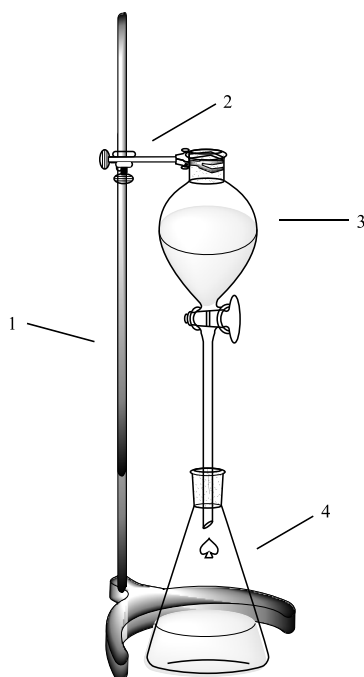
Ekstrakcja to proces wymiany masy pomiędzy dwoma niemieszającymi się fazami, np. w układzie ciecz-ciecz o ograniczonej mieszalności, lub ciecz-ciało stałe. Operacja ta ma na celu wydzielenie związku rozpuszczonego, lub rozproszonego (zdyspergowanego) w jednej fazie do drugiej fazy. Klasycznym przykładem jest ekstrakcja w układzie woda – rozpuszczalnik organiczny. W zależności od właściwości ekstrahowanego związku można prowadzić ekstrakcję z wody do fazy organicznej lub odwrotnie. Przykładem ekstrakcji związku z fazy wodnej do organicznej jest wydzielanie p-metyloacetofenonu z wodnej mieszaniny poreakcyjnej.

Dobierając rozpuszczalnik do ekstrakcji należy wziąć pod uwagę jego następujące właściwości:

- nie może mieszać się z wodą,
- powinien zapewniać odpowiedni współczynnik podziału ekstrahowanej substancji tj. równowagowe stężenie substancji w rozpuszczalniku organicznym powinno być możliwie jak największe w stosunku do jej stężenia w wodzie (lub odwrotnie, jeśli prowadzimy ekstrakcję z rozpuszczalnika organicznego do wody). W przybliżeniu współczynnik podziału jest równy stosunkowi rozpuszczalności substancji w rozpuszczalniku i w wodzie,
- nie może reagować z substancją ekstrahowaną ani z wodą,
- jego gęstość powinna być dostatecznie różna od gęstości wody, aby rozdział faz był szybki i wyraźny,
- powinien mieć niską temperaturę wrzenia, aby można go było oddzielić od rozpuszczonej w nim substancji przez destylację,
- jest pożądane, aby był tani, natomiast nie był łatwopalny i szkodliwy.

WYKONANIE

Ekstrakcję najczęściej wykonuje się w rozdzielaczu (Rysunek 4).



Rysunek 4. Zestaw do wykonania rozdziału warstwy organicznej od wody (1. statyw, 2. łapa z łącznikiem, 3. rozdzielacz, 4. kolba stożkowa (erlenmajerka)) **UWAGA! Na rysunku przedstawiono rozdzielacz z otwartym kranem; podczas napełniania rozdzielacza należy zwracać uwagę, aby był zamknięty.**

Przed przystąpieniem do ekstrakcji należy sprawdzić szczelność kranu i korka nalewając do rozdzielacza niewielką ilość wody, lub lepiej acetonu i potrząsając nim energicznie. Jeśli rozdzielacz jest szczelny usuwa się aceton i po wysuszeniu wlewa do rozdzielacza roztwór do

ekstrakcji i rozpuszczalnik. Rozmiar rozdzielacza powinien być taki, aby umieszczone w nim ciecze zajmowały od 1/3 do 3/4 jego objętości. Po zamknięciu wlotu korkiem rozdzielacz odwraca się nóżką do góry i przytrzymując korek oraz kran potrząsa rozdzielaczem, aby dokładnie wymieszać fazy. Co pewien czas otwiera się kran (cały czas w pozycji nóżką do góry), aby wyrównać ciśnienie wewnątrz rozdzielacza z ciśnieniem atmosferycznym. Tę czynność należy powtarzać szczególnie często wtedy, gdy w trakcie ekstrakcji wydzieli się gaz lub gdy temperatura zawartości wzrasta na skutek wydzielania się ciepła mieszania. Jeśli nie obserwuje się wydzielania gazu można potrząsać bardziej energicznie. Następnie rozdzielacz zawiesza się na statywie za pomocą łapy lub pierścienia metalowego, wyjmując korek a pod nóżkę podstawia erlenmajerkę lub zlewkę (w przypadkach awaryjnych, np. samorzutnego wypadnięcia kranu zawartość rozdzielacza wyleje się do podstawionego naczynia). Rozdzielacz pozostawia się na statywie tak długo, aż fazy wodna i organiczna dokładnie się rozdzielią.

Następnie starannie rozdziela się fazy spuszczać je po kolei do podstawionej kolbki. Jeśli używało się rozpuszczalnika o mniejszej gęstości niż woda (węglowodory, eter estry), to należy oczekiwać, że warstwa organiczna będzie na górze. W razie wątpliwości, fazy identyfikuje się dodając do którejś z nich niewielką ilość wody – w fazie organicznej dodana woda utworzy odrębną warstwę. Ekstrakt zlewa się do erlenmajerki, a rafinat, czyli ciecz wyczerpaną zawraca ponownie do rozdzielacza, dodaje nową porcję rozpuszczalnika i powtórnie ekstrahuje. Operację tę powtarza się nieraz wielokrotnie. Zależy to od wielkości współczynnika podziału. Należy pamiętać, że ekstrakcja jest skuteczniejsza, gdy wykona się ją kilkakrotnie mniejszymi porcjami rozpuszczalnika niż wtedy, gdy użyje się sumaryczną objętość tych porcji jednorazowo. Połączone warstwy organiczne z kolejnych ekstrakcji umieszcza się w czystej erlenmajerce (do pracy z cieczami organicznymi a zwłaszcza lotnymi rozpuszczalnikami nie należy używać zlewek) i suszy się odpowiednim środkiem suszącym. Niekiedy – dotyczy to zwłaszcza ekstraktów eterowych – warstwę organiczną umieszcza się w rozdzielaczu i wytrząsa z nasyconym roztworem NaCl. Ta operacja ma na celu wstępne usunięcie wody rozpuszczonej w fazie organicznej; rozpuszczalność wody w 100 g eteru dietylowego wynosi ok. 1,5 g. Środek suszący dodaje się małymi porcjami energicznie mieszając zawartość erlenmajerki ruchem wirowym. Początkowo absorbująca się w kryształach woda powoduje ich zbrylanie. Dodawanie kolejnych porcji środka suszącego kończy się wtedy, kiedy nie widać już sklejanego jego drobin, lecz obserwuje się pylisty środek suszący, unoszący się w roztworze. Erlenmajerkę zamyka się korkiem i pozostawia (co jakiś czas można zamieszać zawartość ruchem wirowym, tak aby nie zachłapać szlif). Czas suszenia zależy od właściwości użytego środka suszącego i suszonej mieszaniny oraz poziomu wilgoci, jaki chcemy osiągnąć; generalnie suszenie jest procesem powolnym, wymagającym kilku godzin, pół godziny to minimum i tylko w przypadkach, gdy niekonieczne jest dokładne usunięcie wody. Wysuszony roztwór sączy się przez sączek karbowany do suchej kolby kulistej (środek suszący nie może się znaleźć w kolbie, ponieważ pod wpływem ciepła dostarczanego podczas destylacji zaabsorbowana woda mogłaby być z powrotem uwolniona; roztwór powinien zająć max. 2/3 pojemności kolby). W zależności od właściwości fizykochemicznych wyekstrahowanego związku można odparować rozpuszczalnik na wyparce, lub przeprowadzić destylację.

Skuteczność ekstrakcji często można zwiększyć nasycając warstwę wodną chlorkiem sodu. Powoduje to zmniejszenie rozpuszczalności związku organicznego w wodzie (zob. oczyszczanie aniliny). W praktyce laboratoryjnej najczęściej stosowane do ekstrakcji rozpuszczalniki to: (w nawiasie podana jest temperatura wrzenia, i gęstość): eter dietylowy (35°C, 0,714g/ml), chlorek metylenu (40°C, 1,325 g/ml), chloroform (61°C, 1,48 g/ml), heksan (69°C, 0,659 g/ml), eter naftowy (mieszanina alkanów; ok. 40°C, ok. 0,62 g/ml), toluen (111°C, 0,867 g/ml), octan etylu (77°C, 0,902g/ml).

Ekstrakcja z fazy organicznej do wody może być prowadzona w opisany powyżej sposób, o ile związek lepiej rozpuszcza się w wodzie, niż w związkach organicznych. Aby doprowadzić do takiej właśnie sytuacji wykorzystuje się często właściwości kwasowo-zasadowe związków organicznych, przeprowadzając ekstrahowane związki w odpowiednie sole, które jako związki jonowe są zdecydowanie bardziej hydrofilowe. W ten sposób można również wyodrębnić za pomocą

ekstrakcji niektóre związki z mieszanin organicznych. Najczęściej wykorzystuje się do tego właściwości kwasowo-zasadowe takich składników mieszanin jak: aminy, kwasy karboksylowe, fenole. Przykładowo:

(1) aby dokładnie oddzielić kwas octowy używany w nadmiarze przy syntezie octanu butylu surowy produkt reakcji ekstrahuje się wodnym roztworem NaHCO_3 . Kwas octowy tworzy wtedy sól sodową, nierozpuszczalną w warstwie organicznej a doskonale rozpuszczalną w wodzie.

(2) Aminy (np. anilinę) można wydzielić z mieszanin organicznych za pomocą roztworu kwasu solnego; powstają rozpuszczalne w wodzie sole amoniowe. Warto zwrócić uwagę, że związki rozpuszczone w postaci soli w wodzie mogą być z niej wyodrębnione przez odpowiednią zmianę pH.

Odsyłacze do Internetu:

<https://www.youtube.com/watch?v=CyIA8NhMUI4>

https://www.youtube.com/watch?v=_3G3MMcBYmY

<https://www.youtube.com/watch?v=kdsZjeywrTk>

https://www.youtube.com/watch?v=kQZFl_S5o5c

DESTYLACJA (prosta i frakcyjna)

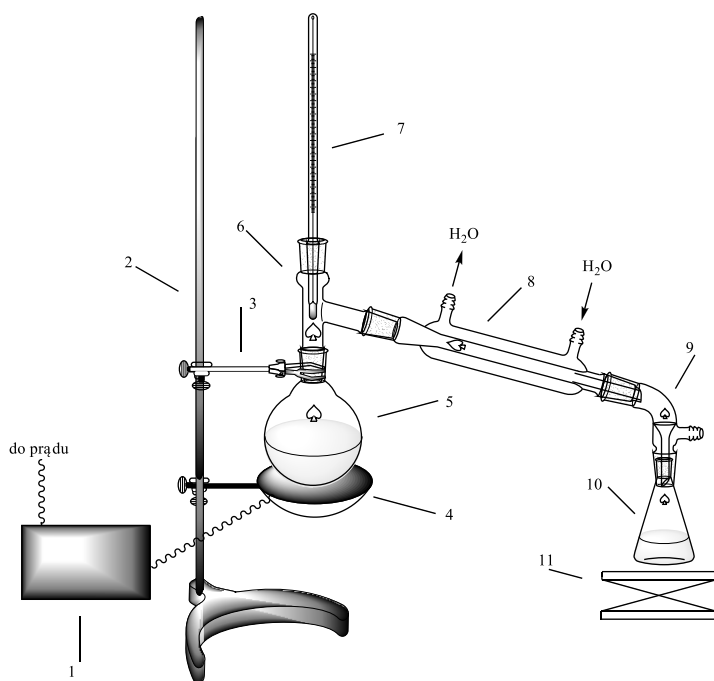
Destylacja jest operacją jednostkową, która pozwala izolować z ciekłych mieszanin czyste związki na podstawie różnic w ich lotności. Generalnie, poprzez odparowanie i ponowne skroplenie bardziej lotny składnik mieszaniny wydzielany jest w postaci destylatu. W zależności od składu mieszaniny poddanej destylacji oraz użytej aparatury można wydzielić jeden, lub wiele składników w wyniku jednej operacji. Jeśli mieszanina zawiera jeden, dominujący składnik, który wyraźnie, tj. o co najmniej 70°C , różni się temperaturą wrzenia od pozostałych, lub gdy inne składniki nie są lotne (ciała stałe, polimery) stosuje się destylację prostą. W przypadku mniejszej różnicy temperatur wrzenia, lub mieszaniny wieloskładnikowej zalecana jest destylacja frakcyjna. Ponadto istnieją różne odmiany destylacji, stosowane w pewnych szczególnych przypadkach, jak np. destylacja równowagowa, destylacja azeotropowa, destylacja z parą wodną.

Aparatura do destylacji prostej oraz frakcyjnej jest zbliżona w swej budowie i różni się obecnością kolumny destylacyjnej w przypadku tej drugiej (rysunek 5 i rysunek 6). Odmienny jest natomiast sposób prowadzenia destylacji prostej oraz frakcyjnej.

WYKONANIE (destylacja prosta)

Montuje się zestaw zgodnie z rysunkiem 5, zwracając uwagę, aby kolba destylacyjna była na odpowiedniej wysokości, tj. aby nie była za nisko i pozostawiała możliwość swobodnego podłączenia / odstawienia czaszy grzejnej, ale nie była też za wysoko, gdyż pociąga to za sobą trudności w dostępie do aparatury, np. w celu odczytu temperatury.

Po zaakceptowaniu zestawu przez prowadzącego umieszcza się w kolbie mieszaninę przeznaczoną do destylacji oraz kamyki wrzenne, włącza przepływ wody w chłodnicy i rozpoczyna ogrzewanie nastawiając autotransformator na ok 40 – 60 % mocy (w zależności od objętości cieczy i spodziewanej temperatury wrzenia). Obserwuje się układ. Po pewnym czasie ciecz w kolbie zacznie wrzeć, a wkrótce potem opary dotrą do chłodnicy i termometru, co spowoduje gwałtowny wzrost temperatury do wartości odpowiadającej temperaturze wrzenia destylującego składnika, którą należy odczytać i zanotować. Kontynuując grzanie prowadzi się destylację do momentu, gdy oddestyluje oczekiwana ilość rozpuszczalnika, lub w kolbie pozostanie niewielka ilość cieczy. Nie wolno destylować „do sucha”! Ilość cieczy w kolbie powinna spływając zwilżać ścianki, aby nie doszło do ich przegrzania, gdyż może to powodować rozkład substancji generując zanieczyszczenia, a czasami bywa też niebezpieczne. Należy odczytywać i zapisywać wartość temperatury w trakcie destylacji, aby wiedzieć w jakim zakresie destylowała wydzielona substancja.

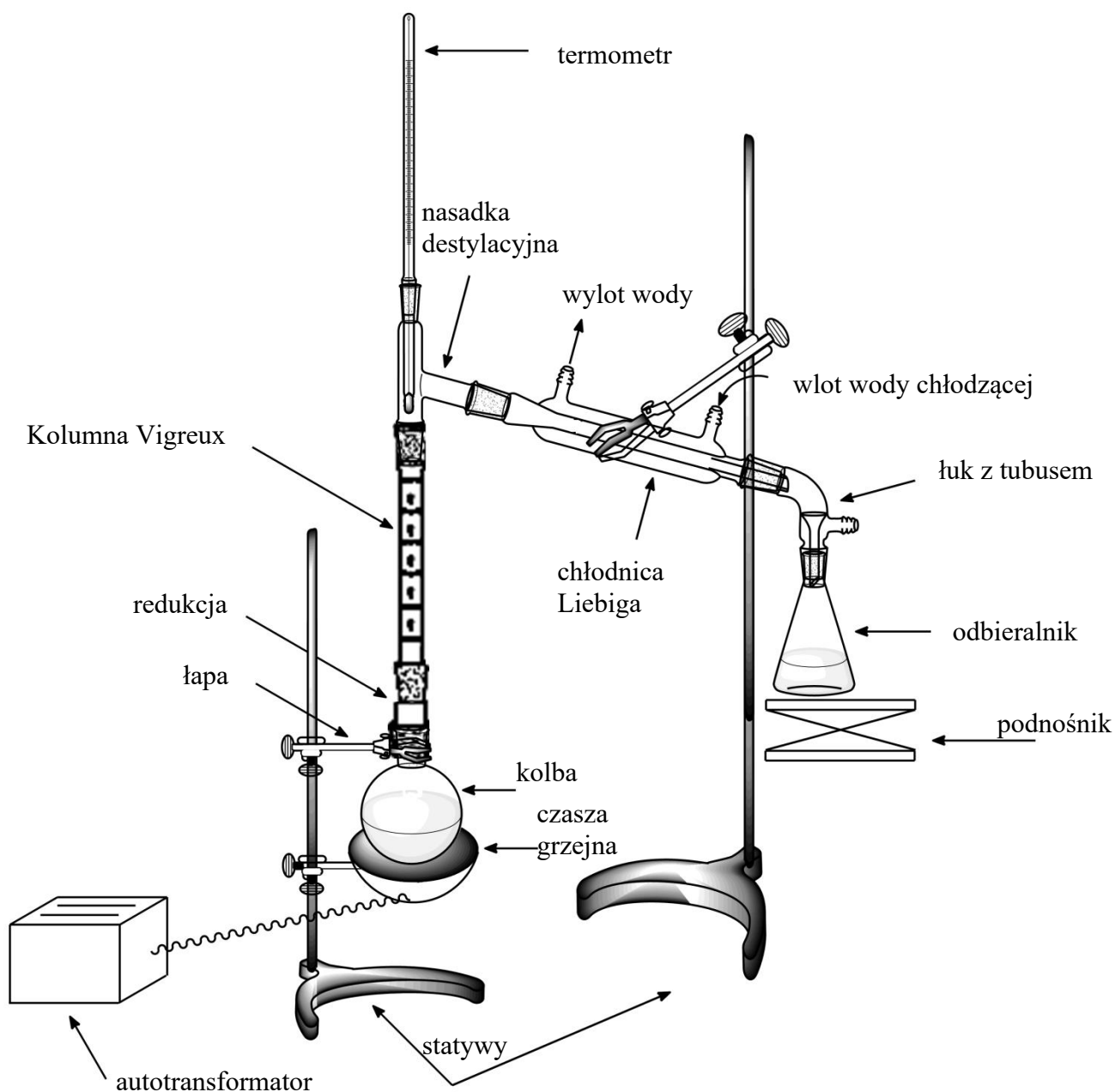


Rysunek 5. Zestaw do wykonania destylacji prostej (1 autotransformator, 2. statyw, 3. łapa z łącznikiem, 4. czasza grzejna, 5. kolba destylacyjna, 6. nasadka destylacyjna, 7. termometr, 8. chłodnica Liebiga 9. przedłużacz (łuk z tubusem), 10. odbieralnik (kolba stożkowa), 11. podnośnik. **UWAGA! Dla przejrzystości rysunku nie pokazano statywu i łapy czteropalczastej podtrzymującej chłodnicę. Zamontowanie jej jest niezbędne.**

WYKONANIE (destylacja frakcyjna)

Montuje się zestaw zgodnie z rysunkiem 6. Podobnie jak w przypadku destylacji prostej należy zwrócić uwagę, aby kolba destylacyjna była na odpowiedniej wysokości, tj. aby nie była za nisko i pozostawiała możliwość swobodnego podłączenia / odstawienia czaszy grzejnej, ale nie była też za wysoko, gdyż pociąga to za sobą trudności w dostępie do aparatury, np. w celu odczytu temperatury. Po zaakceptowaniu zestawu przez prowadzącego umieszcza się w kolbie mieszaninę przeznaczoną do destylacji oraz kamyki wrzenne, włącza przepływ wody w chłodnicy i rozpoczyna ogrzewanie nastawiając autotransformator na ok 40 – 60 % mocy (w zależności od objętości cieczy i spodziewanej temperatury wrzenia). Obserwuje się układ. Po pewnym czasie ciecz w kolbie zacznie wrzeć, a wkrótce potem opary zaczną wędrować w górę kolumny destylacyjnej, co można zaobserwować wizualnie, lub sprawdzić dotykając kolumny, gdzie wyraźnie przemieszcza się do góry ciepła strefa. Jeśli temperatura destylacji przekracza 80°C, należy minimalizować straty ciepła na kolumnie, np. owijając ją warstwą izolacji termicznej (odpowiednie tasiemki z włókna szklanego są dostępne w pokoju laboranckim). W momencie, gdy opary dotrą do nasadki destylacyjnej, a dalej chłodnicy i termometru, następuje gwałtowny wzrost temperatury i jednocześnie zaczyna się destylacja. Pierwszą frakcję, nazywaną przedgonem należy zbierać do chwili, gdy temperatura ustabilizuje się na stałym poziomie (przedgon, jako frakcja wrząca w nieustalonych warunkach może być mieszaniną różnych substancji). Dopiero po ustabilizowaniu się temperatury należy niezwłocznie zmienić odbieralnik i rozpocząć zbieranie drugiej frakcji; gdy destylujemy finalny produkt, jest to zwykle frakcja główna. Destylację do danego odbieralnika kontynuujemy tak długo, jak utrzymuje się stała temperatura, gdyż jest ona dowodem na niezmienny skład destylatu. W warunkach rzeczywistych dopuszczalne są niewielkie wahania temperatury, w zakresie $\pm 2^{\circ}\text{C}$. Jeśli temperatura zacznie się zmieniać, należy również zmienić odbieralnik. W przypadku mieszanin wieloskładnikowych możliwe jest, by postępując w podany powyżej sposób, zebrać kilka frakcji o stałych temperaturach wrzenia, które mogą być czystymi związkami. Każdorazowo należy zapisać temperaturę, przy której zaczęto i zakończono destylację kolejnej frakcji, aby znany był zakres jej

temperatury wrzenia. W przypadku znanych związków zgodność tej wartości z danymi literaturowymi jest dowodem, pozwalającym na zidentyfikowanie oczyszczanej substancji.

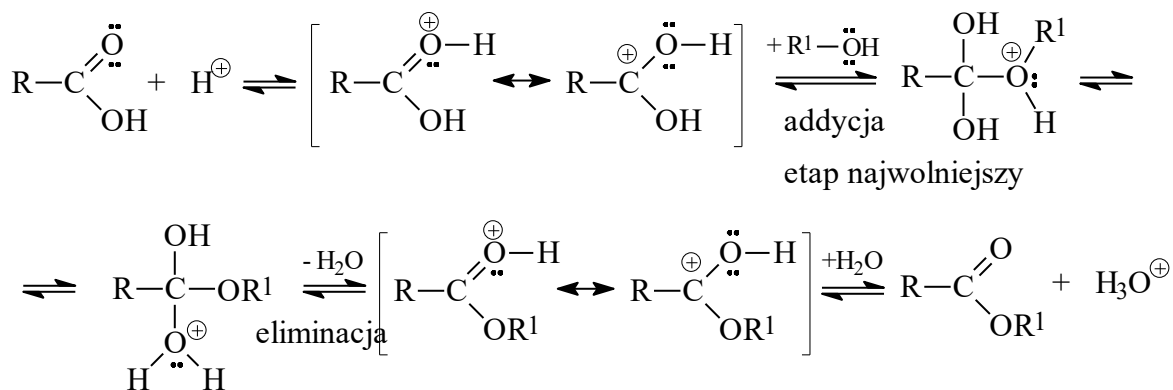


Rysunek 6. Zestaw do destylacji frakcyjnej. Służy również do przeprowadzenia reakcji, np. estyfikacji z jednoczesnym odbieraniem produktu.

Jeśli została zebrana frakcja zawierająca oczekiwany związek, lub w przypadku, gdy w kolbie została niewielka ilość cieczy, należy przerwać destylację odstawiając na bok czaszę grzejną, a po schłodzeniu kolby i innych elementów zdemontować aparaturę. Nie wolno destylować „do sucha”! Ilość cieczy w kolbie powinna zawsze zwilżać ścianki, aby nie doszło do ich przegrzania, gdyż może to powodować rozkład substancji generując zanieczyszczenia, a czasami bywa też niebezpieczne.

OCTAN ETYLU

Alifatyczne i aromatyczne kwasy karboksylowe reagują z alkoholami pierwszo- i drugorzędowymi dając estry. Reakcja estryfikacji jest katalizowana mocnymi kwasami, najczęściej kwasem siarkowym. Rola katalizatora polega na protonowaniu atomu tlenu grupy karbonylowej, co zwiększa elektrofilowość karbonylowego atomu węgla i ułatwia przyłączenie słabego nukleofila, alkoholu. Wszystkie etapy tej reakcji są odwracalne, a położenie równowagi zależy od budowy reagentów.



Schemat 2. Bezpośrednia estryfikacja z udziałem kwasu karboksylowego i alkoholu.

W celu zwiększenia wydajności estru stosuje się różne warianty prowadzenia syntezy, takie jak:

- użycie nadmiaru jednego z reagentów, zwykle tańszego, lub łatwiejszego do usunięcia (patrz np. otrzymywanie benzoesu metylu i octanu butylu, przepisy: A. Vogel, Preparatyka organiczna, str. 719 i 430; wydanie II, str. 1038 i 668; wydanie III),
- usuwanie produktu – estru w trakcie jego powstawania, np. poprzez destylację, jeśli ester ma temperaturę wrzenia niższą, niż pozostałe składniki mieszaniny (dotyczy to głównie estrów kwasu mrówkowego, patrz mrówczan etylu).
- usuwanie wody, która również jest produktem estryfikacji. Wodę można usuwać za pomocą środka suszącego, albo oddestylowywać w postaci azeotropu, np. z benzenem, toluenem, cykloheksanem, dichlorometanem. Środek suszący musi być odporny na działanie kwasu, aby nie reagował z katalizatorem (dlatego nie można zastosować np. węglanu sodu, czy potasu, choć służą one jako środki suszące w innych przypadkach). Używany jako katalizator stężony kwas siarkowy, także może przyczyniać się do zwiększenia wydajności estru protonując powstającą wodę, jednak aby efekt był zauważalny ilość kwasu siarkowego musi być większa niż katalityczna.

Estry alkoholi trzeciorzędowych i fenoli nie mogą być syntezowane w reakcji przedstawionej na Schemacie 2. O szybkości najwolniejszego etapu, a więc i o szybkości całej reakcji, w znacznym stopniu decydują czynniki steryczne. Jest zatem oczywiste, że utworzenie wiązania między karbonylowym atomem węgla i atomem tlenu alkoholu trzeciorzędowego, mającego dużą objętościowo grupę alkilową, będzie przebiegało powoli. Jednocześnie obecność silnego kwasu mineralnego będzie sprzyjała reakcji dehydratacji alkoholu, której szczególnie łatwo ulegają alkohole mogące utworzyć trwałe karbokationy, np. trzeciorzędowe. W takich przypadkach estry syntezuje się z chlorków kwasowych, lub bezwodników (octany, ftalany); reakcje przebiegają wtedy szybko, a produkty powstają z dużymi wydajnościami. Podobnie postępuje się, gdy z przyczyn technicznych, lub ekonomicznych nie można zastosować nadmiaru jednego z reagentów.

WYKONANIE

Montujemy zestaw do destylacji prostej zgodnie z rysunkiem 5, zawierający kolbę kulistą 100ml. Wyjmujemy wspomnianą kolbę częściowo demontując zestaw, ale bez przestawiania statywów, umieszczamy w niej 10 ml (0,17 mola) alkoholu etylowego i oziębiamy całość na łaźni wodnej. Następnie, mieszając zawartość chłodzonej kolby dodajemy powoli 10 ml (0,18 mola) stężonego H_2SO_4 . Ponownie montujemy zestaw do destylacji prostej zgodnie z rysunkiem 5, zawierający kolbę z reagentami. Zamiast termometru umieszczamy w zestawie wkraplacz zawierający mieszaninę 33 ml (0,57 mola) alkoholu etylowego i 33 ml (0,57 mola) lodowatego (czyli 100%) kwasu octowego. Określamy, który substrat użyto w nieomiarze, gdyż stanowi on podstawę bilansu.

Po upewnieniu się, że kolba kulista jest z zewnątrz czysta i sucha podstawiamy czaszę grzejną i rozpoczynamy ogrzewanie mieszaniny reakcyjnej. Jednocześnie, wkraplamy do kolby około 1/3 mieszaniny z rozdzielacza. Gdy zawartość kolby zacznie wrzeć, a zaraz potem rozpocznie się destylacja ponownie rozpoczynamy wkraplanie mieszaniny substratów, tym razem z szybkością równą szybkości oddestylowania powstającego octanu etylu. Układ należy utrzymywać w stanie umiarkowanego wrzenia. Przegrzanie mieszaniny reagentów (przekroczenie temperatury 140°C) może prowadzić do odwodnienia alkoholu i powstawania, niepożądanego, znacznej ilości eteru etylowego. Otrzymany destylat oprócz estru zawiera etanol i ślady kwasu octowego (wyjaśnij dlaczego?). W celu usunięcia kwasu octowego, do znajdującego się w odbieralniku (kolbie stożkowej) destylatu, dodajemy małymi porcjami nasycony roztwór kwaśnego węgla sodowego, mieszając zawartość kolby i obserwując wydzielanie się CO_2 (wydzielanie gazu może być na początku gwałtowne; jaka przebiega tutaj reakcja?). Przenosimy całość do rozdzielacza i delikatnie wytrząsamy, wypuszczamy CO_2 otwierając kran trzymanego nóżką do góry rozdzielacza. Powtarzamy wytrząsanie / wypuszczanie gazu do momentu, gdy nie wydzieli się już CO_2 . Dolną warstwę wodną oddzielamy, a do pozostałości dodajemy jeszcze jedną porcję (~30ml) roztworu NaHCO_3 . Gdy po dodaniu kolejnej porcji węgla nie obserwujemy wydzielania się dwutlenku węgla spuszcza warstwę organiczną do kolby stożkowej i energicznie wytrząsamy z bezwodnym CaCl_2 w celu usunięcia nieprzereagowanych ilości alkoholu etylowego. Wytrząsanie uznajemy za zakończone, gdy w kolbce pomimo intensywnego wytrząsania utrzymują się przez kilka minut nierozpuszczone grudki bezwodnego chlorku wapnia. Ostrożnie dekantujemy warstwę surowego octanu etylu do czystej, suchej kolbki stożkowej, uważając, by cała dolna warstwa solanki pozostała w kolbce, w której prowadziliśmy wytrząsanie z CaCl_2 . Do oddzielonej, górnej warstwy estrowej dodajemy bezwodny chlorek wapnia, lub siarczan magnezu i pozostawiamy do suszenia w zamkniętej kolbce. Po wysuszeniu odsączamy środek suszący przez mały sączonek karbowany zbierając ciecz do suchej kolby kulistej o pojemności 100 ml, którą umieszczamy następnie w zestawie do destylacji frakcyjnej. Destylujemy otrzymany octan etylu zbierając frakcją główną, tj. czysty octan etylu w temperaturze $76,5-77,5^\circ\text{C}$. Po zakończeniu destylacji ważymy produkt i obliczamy wydajność syntezy.