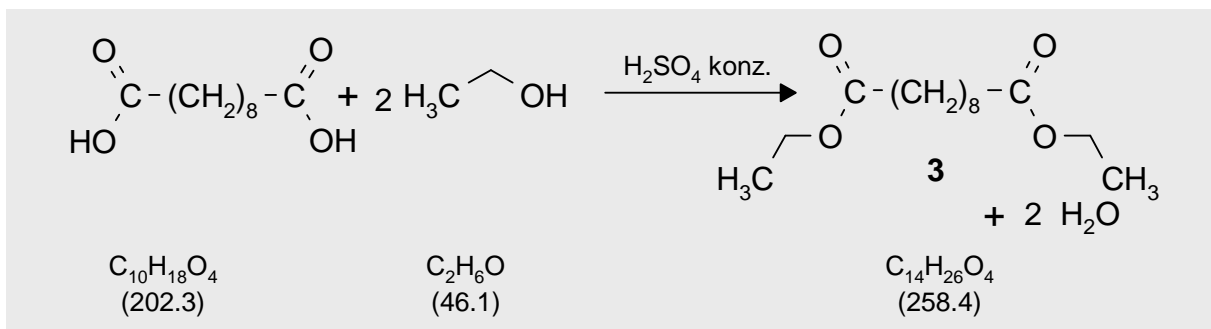


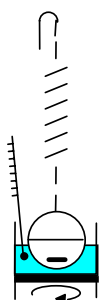
### 4.2.1.3 Säurekatalysierte Umsetzung von Sebacinsäure mit Ethanol zu Sebacinsäurediethylester (3)



**Arbeitsmethoden:** Destillation

#### Chemikalien

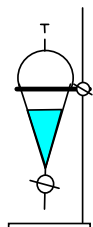
Sebacinsäure	Schmp. 130–133 °C.
Ethanol	Sdp. 78 °C, $d = 0.79 \text{ g/ml}$ , Dampfdruck bei 20 °C: 59 hPa.
Konz. Schwefelsäure	95–98proz., $d = 1.84 \text{ g/ml}$ . Verursacht <b>schwere Verätzungen</b> . Sofort mit viel Wasser abspülen.



#### Durchführung

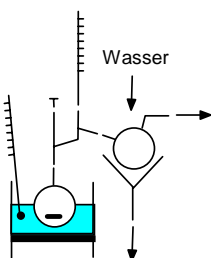
Vor Beginn **Betriebsanweisung** erstellen.

In einem 100-ml-Rundkolben mit Rückflusskühler und Trockenrohr werden 50 mmol (10.11 g) Sebacinsäure und 0.50 mol (37.0 g, 46.9 ml) Ethanol vorsichtig mit einer Pipette mit 1 ml konz. Schwefelsäure versetzt. Man erhitzt über Nacht unter Rückfluss zum Sieden, lässt erkalten, ersetzt den Rückflusskühler durch eine Destillationsbrücke und destilliert die Hälfte des Alkohols unter Normaldruck ab ( $\rightarrow \mathbf{R}_1$ ).



#### Isolierung und Reinigung

Den erkalteten Destillationsrückstand gießt man in einem 250 ml Scheidetrichter auf 50 ml Eiswasser und versetzt mit 25 ml *tert*-Butylmethylether. Die obere organische Phase wird abgetrennt, die Wasserphase dreimal mit je 25 ml *tert*-Butylmethylether extrahiert. Die organischen Phasen werden vereinigt, nacheinander mit 50 ml Wasser, 20 ml gesättigter Natriumhydrogencarbonat-Lösung<sup>1</sup> und 25 ml Wasser ( $\rightarrow \mathbf{E}_1$ ) gewaschen und über Natriumsulfat getrocknet. Nach dem Abfiltrieren des Trockenmittels (Büchnertrichter mit Absaugflasche, nachwaschen mit 10–20 ml *tert*-Butylmethylether) ( $\rightarrow \mathbf{E}_2$ ) destilliert man den Ether am Rotationsverdampfer ab ( $\rightarrow \mathbf{R}_2$ ), überführt das Rohprodukt mit wenig *tert*-Butylmethylether in eine Feststoffdestille und destilliert bei vermindertem Druck ( $\rightarrow \mathbf{E}_3$ ). Ausbeute an **3**: 50–60%, Sdp. 145–147 °C / 0.1 hPa,  $n_D^{20} = 1.4387$ .



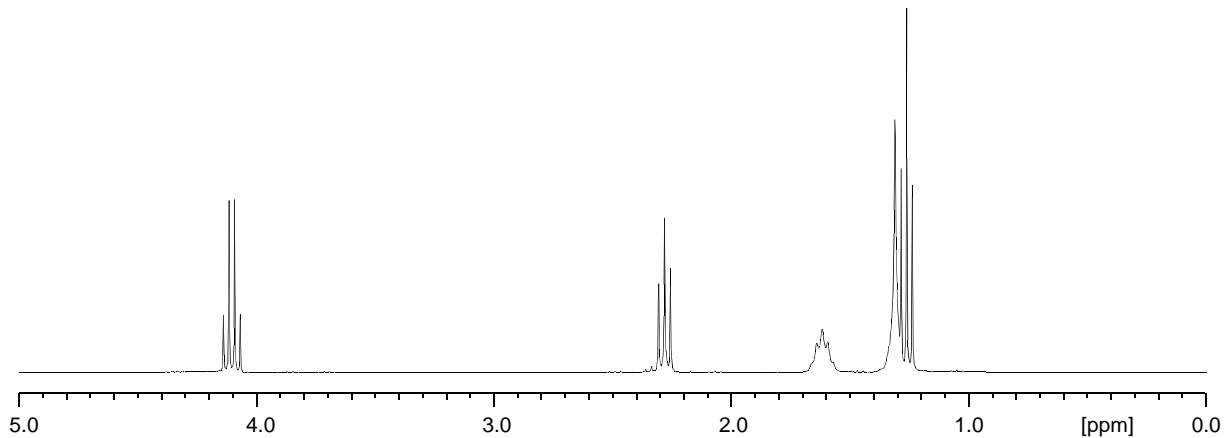
<sup>1</sup> Warum muss die organische Phase absolut säurefrei sein?

### Hinweise zur Entsorgung (E), Recycling (R) der Lösungsmittel

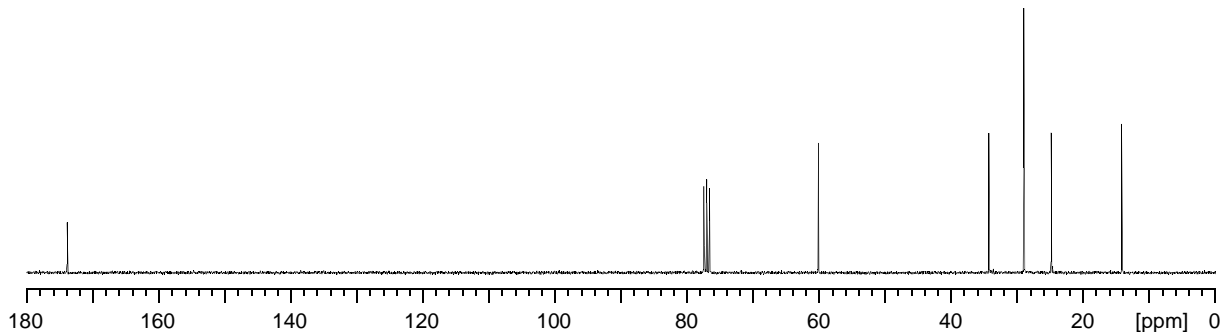
- E<sub>1</sub>:** Wasserphasen mit organischen Verunreinigungen, nach Neutralisation mit Natronlauge → Entsorgung (H<sub>2</sub>O mit RH).  
**E<sub>2</sub>:** Kontaminiertes Trockenmittel → Entsorgung (Anorg. Feststoffe).  
**E<sub>3</sub>:** Destillationsrückstand in wenig Aceton lösen, verunreinigte Fraktionen → Entsorgung (RH).  
**R<sub>1</sub>:** Abdestilliertes Lösungsmittel → Recycling (Ethanol).  
**R<sub>2</sub>:** Abdestilliertes Lösungsmittel → Recycling (*tert*-Butylmethylether).

### Auswertung des Versuchs

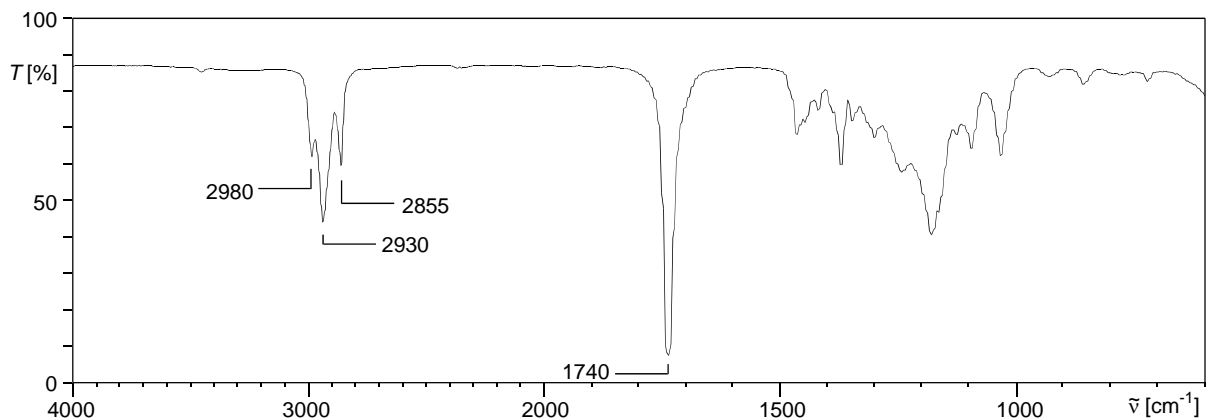
**<sup>1</sup>H-NMR-Spektrum** von **3** (300 MHz, CDCl<sub>3</sub>): δ = 1.26 (6 H), 1.24–1.33 (8 H), 1.53–1.64 (4 H), 2.26 (4 H), 4.10 (4 H).



**<sup>13</sup>C-NMR Spektrum** von **3** (75.5 MHz, CDCl<sub>3</sub>): δ = 14.23 (CH<sub>3</sub>), 24.92 (CH<sub>2</sub>), 29.04 (2 CH<sub>2</sub>), 34.33 (CH<sub>2</sub>), 60.13 (CH<sub>2</sub>), 173.83 (C).

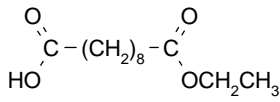


**IR-Spektrum** von **3** (Film):

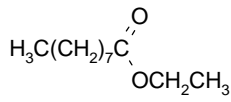


\* Formulieren Sie den zu **3** führenden Reaktionsmechanismus.

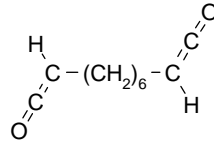
**Weitere denkbare Reaktionsprodukte:**



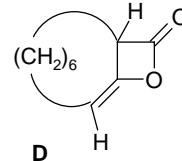
**A**



**B**



**C**



**D**

\* Mit welchen spektroskopischen Daten lassen sich **A–D** ausschließen?

\* Diskutieren Sie die denkbaren Reaktionsmechanismen. In welchem Zusammenhang stehen **A/B** und **C/D**?

**Literatur, allgemeine Anwendbarkeit der Methode**

Die Veresterung von Carbonsäuren mit primären oder sekundären Alkoholen in Gegenwart katalytischer Mengen konz. Schwefelsäure ist eine sehr allgemeine Methode zur Darstellung von Carbonsäuren. Gewöhnlich wird die Alkoholkomponente im Überschuss eingesetzt. An Stelle von  $\text{H}_2\text{SO}_4$  konz. kann auch eine Dispersion von konz.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  auf  $\text{MgSO}_4$  oder konz.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  auf Kieselgel als Träger eingesetzt werden. Siehe [Einführung Kap. 4.2.1.](#)