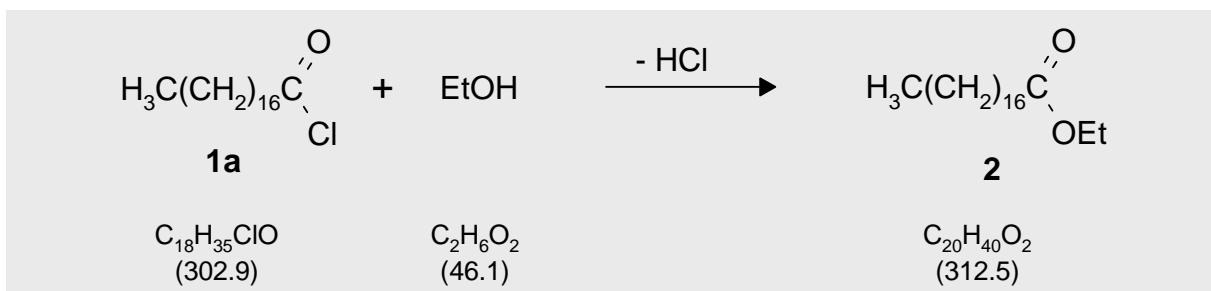


4.2.2.2 Umsetzung von Stearinsäurechlorid mit Ethanol zu Stearinsäureethylester (2)



Arbeitsmethoden: Arbeiten unter Feuchtigkeitsausschluss, Destillation

Chemikalien

Stearinsäurechlorid

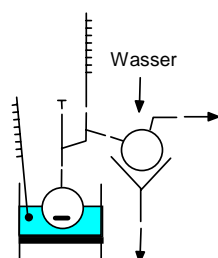
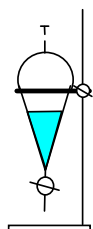
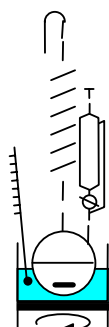
Schmp. 20–22 °C, Sdp. 202 °C/8 hPa, $d = 0.91 \text{ g/ml}$. Wird in [Versuch 4.2.2.1](#) hergestellt.

Ethanol

Sdp. 78 °C, $d = 0.79 \text{ g/ml}$, Dampfdruck bei 20 °C: 59 hPa.

tert-Butylmethylether

Sdp. 55 °C, $d = 0.74 \text{ g/ml}$, Dampfdruck bei 20 °C: 268 hPa.



Durchführung

Vor Beginn **Betriebsanweisung** erstellen.

In einem 100 ml-2-Hals-Rundkolben mit dem rohen Stearinsäurechlorid aus Versuch 4.2.2.1a¹ mit Rückflusskühler, Trockenrohr und Tropftrichter werden unter Rühren 205 mmol (9.48 g, 12.0 ml), trockenes Ethanol zugetropft. Man rührt 2 h bei Raumtemperatur und eine weitere Stunde bei 50–60 °C.

Isolierung und Reinigung

Nach dem Abkühlen nimmt man in insgesamt 100 ml *tert*-Butylmethylether auf, überführt in einen 100 ml Scheidetrichter (mit etwas *tert*-Butylmethylether nachspülen) und wäscht zweimal mit je 40 ml Wasser, dann mit 40 ml gesättigter Natriumhydrogencarbonat-Lösung und nochmals mit 25 ml Wasser² (→ **E**₁). Die organische Phase wird über Natriumsulfat getrocknet und anschließend vom Trockenmittel über einen Büchnertrichter abgesaugt (mit wenig *tert*-Butylmethylether nachspülen) (→ **E**₂).

Man destilliert das Solvens am Rotationsverdampfer ab (→ **R**₁), überführt mit wenig *tert*-Butylmethylether in eine Feststoff-Destillationsapparatur und destilliert bei vermindertem Druck in einem Silikonöl-Heizbad. Der Siedepunkt ist im Bereich von 150–170 °C/0.1 hPa zu erwarten, (Destillationsrückstand → **E**₃). Man bestimme die Ausbeute (g, %) des Reinprodukts. Ausbeute an **2**: 55–65% (bezogen auf die eingesetzte Stearinsäure), Sdp. 155–157 °C/0.1 hPa, erstarrt in der Kälte.

¹ Begründen Sie, warum hier das *Rohprodukt* aus Versuch 4.2.2.1a eingesetzt werden kann.

² Erläutern Sie die Reihenfolge!

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

E₁: Wässrige Phasen → Entsorgung (H₂O mit RHal/Halogenid).

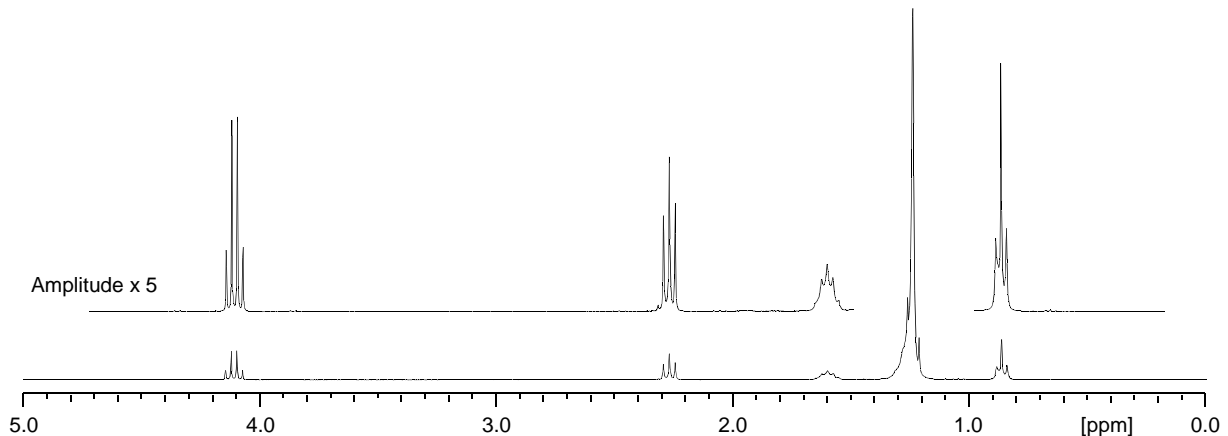
E₂: Kontaminiertes Trockenmittel → Entsorgung (Anorg. Feststoffe).

E₃: Destillationsrückstand in wenig Aceton lösen, verunreinigte Fraktionen → Entsorgung (RH).

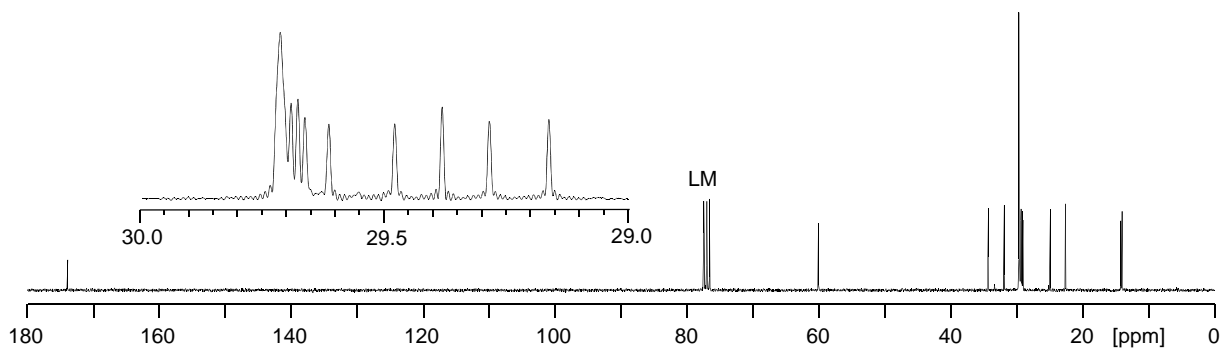
R₁: Abdestilliertes Lösungsmittel → Recycling (*tert*-Butylmethylether).

Auswertung des Versuchs

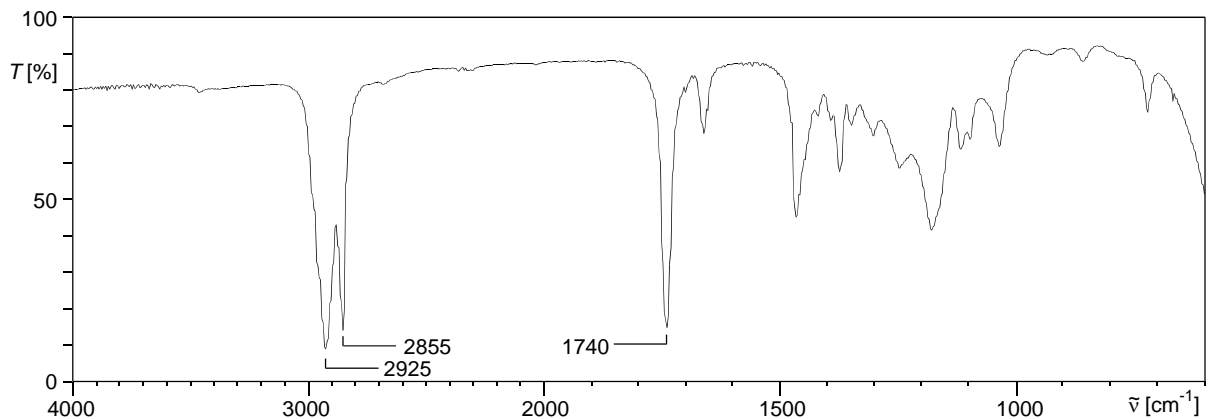
¹H-NMR-Spektrum von **2** (300 MHz, CDCl₃): δ = 0.87 (3 H), 1.12–1.39 (30 H), 1.60 (2 H), 2.27 (2 H), 4.11 (2 H).



¹³C-NMR Spektrum von **2** (75.5 MHz, CDCl₃): δ = 14.12 (CH₃), 14.25 (CH₃), 22.70 (CH₂), 25.00 (CH₂), 29.16 (CH₂), 29.28 (CH₂), 29.38 (CH₂), 29.48 (CH₂), 29.61 (CH₂), 29.66 (CH₂), 29.67 (CH₂), 29.69 (CH₂), 29.71 (4 CH₂), 31.94 (CH₂), 34.39 (CH₂), 60.12 (CH₂), 173.90(C).

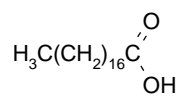


IR-Spektrum von **2** (Film):

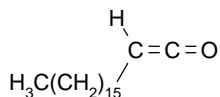


* Formulieren Sie den zu **2** führenden Reaktionsmechanismus.

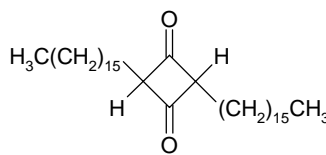
Weitere denkbare Reaktionsprodukte:



A



B



C

- * Mit welchen spektroskopischen Daten oder einfachen Versuchen lassen sich **A–C** ausschließen?
- * Diskutieren Sie die denkbaren Reaktionsmechanismen.

Literatur, allgemeine Anwendbarkeit der Methode

Die Umsetzung von Carbonsäurechloriden mit Alkoholen ist eine der allgemeinsten Methoden zur Darstellung von Carbonsäureestern. Eingesetzt werden können prim. und sek. Alkohole, in Gegenwart von Hilfsbasen auch tert. Alkohole, siehe auch [Einführung 4.2.2](#).

- [1] K. Nagasawa, S. Yoshitake, T. Amiya, K. Ito, *Synth. Commun.* **1990**, *20*, 2033–2040.
- [2] D.S. Breslow, E. Baumgarten C.R. Hauser, *J. Am. Chem. Soc.* **1944**, *66*, 1286–1288.