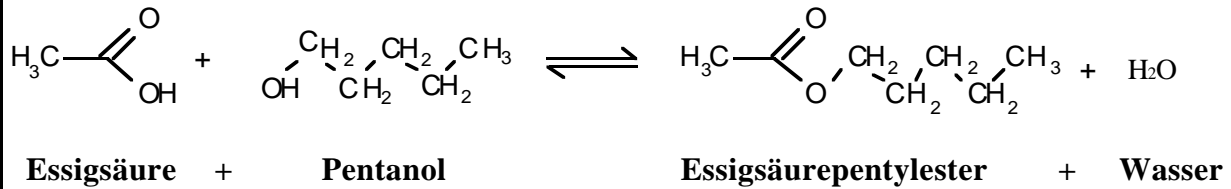


# Synthese eines Aromastoffs

**Ziel:** Herstellung und Reinigung eines Aromastoffs  
Optimierung der Ausbeute durch Gleichgewichtsbeeinflussungen

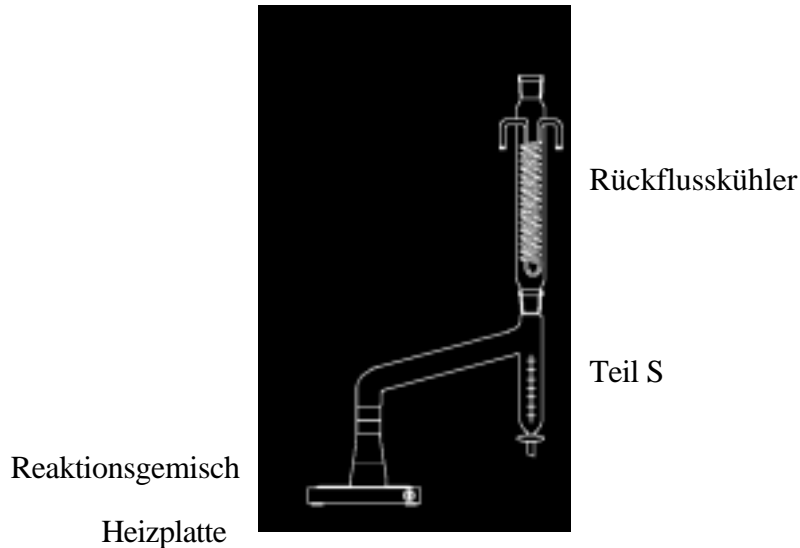
## Die Reaktion:



## Durchführung der Synthese

In den Schliffenmeier gibt man 27 ml (0,25 mol) 1-Pentanol, 16 ml (0,28 mol) konzentrierte Essigsäure, 2 Tropfen konz. Schwefelsäure und 2-3 Siedesteinchen. Die unten abgebildete Apparatur wird nach Lehreranleitung aufgebaut.

Apparatur:



Den Teil S der Apparatur füllt man sorgfältig bis zur Marke mit Wasser. Man schliesst den EM an die Apparatur an (mit Klammer sichern) und erwärmt ihn mit der Heizplatte so stark, dass das Reaktionsgemisch rückfließt. (Stufe 9-10 der Heizplatte, 500 Watt)  
Nach kurzer Zeit bildet sich im Teil S auf dem Wasser eine wasserunlösliche Flüssigkeitsschicht, die teilweise in den EM zurückfließt. Aus dem Hahn lässt man ab zu gerade soviel Wasser ablaufen, dass die untere Grenze der Flüssigkeitsschicht immer wieder auf die Marke abgesenkt wird. Man misst mit einem Indikatorpapier den pH-Wert des auslaufenden Wassers.

## Reinigung des Reaktionsgemisches

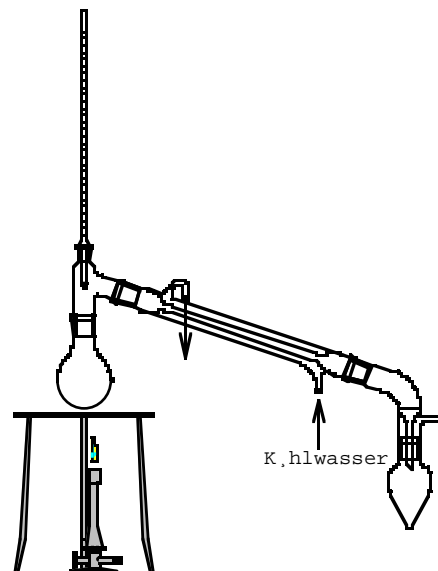
Nach 30 Minuten lässt man den EM abkühlen, nimmt den EM von der Apparatur weg und lässt die Flüssigkeit im Teil S ebenfalls in den EM ablaufen. Man gibt das Reaktionsgemisch in einen Scheidetrichter, lässt die untere wässrige Phase auslaufen und verwirft sie. Zur wasserunlöslichen Phase im Scheidetrichter gibt man ca. 25 ml  $\text{NaHCO}_3$  Lösung (5%ig) und schüttelt (nach Lehreranleitung!). Nach dem Schütteln lässt man die untere wässrige Phase ablaufen, misst den pH-Wert und wirft die wässrige Phase weg. Ist die wässrige Phase noch sauer, so wird der Vorgang mit 25 ml frischer  $\text{NaHCO}_3$  Lösung wiederholt.

Anschließend giesst man die zurückbleibende obere Phase in einen sauberen EM, gibt einen Löffel kristallwasserfreies Natriumsulfat  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  hinzu und schwenkt die Lösung gut um (ev. noch mehr Natriumsulfat zugeben, bis die Lösung ganz klar wird). Dieses Rohprodukt wird in einen gewogenen, sauberen EM filtriert. Das Rohprodukt wird genau abgewogen.

Ca. 1 ml des Rohprodukts in ein kleines Schnappdeckelgläschen füllen und dem Lehrer (Laborant) zur Reinheitskontrolle mit Hilfe eines IR-Spektrums übergeben.

## Reinigung des Rohprodukts

Das Rohprodukt, das eine Mischung aus Alkohol und Ester ist, wird durch Destillation weiter gereinigt. Man füllt das ganze Rohprodukt in den 100 ml Rundkolben, gibt zwei Siedesteinchen dazu und baut die unten abgebildete Destillationsapparatur nach Lehreranleitung auf.



Man erhitzt das Rohprodukt vorsichtig und fängt das Destillat in verschiedenen Fraktionen auf. Die ab ca.  $149^\circ$  übergehende Fraktion sollte reiner Ester sein. Man wiegt diese Fraktion ab und bestimmt die Ausbeute an reinem Produkt.

## Reinheitskontrolle

Zur Reinheitskontrolle füllt man ca. 1 ml des reinen Produkts in ein Schnappdeckelgläschen, beschriftet es genau (Verbindung, Name, Datum, Fraktion) und übergibt es demn Lehrer (Laborant) zur Analyse.

Die Reinheit lässt sich qualitativ mit einem Infrarot (IR) Spektrum, und quantitativ zusätzlich noch mit einem Gaschromatogramm (GC) bestimmen.

<b>Daten</b>	<b>Sdp.</b>	<b>Molare Masse</b>	<b>Dichte</b>
Essigsäure	118 °C	60 g/mol	1,05 g/ml
1-Pentanol	138	88 "	0,81 "
Essigsäurepentylester	149	130 "	0,88 "
Wasser	100	18 "	1,00 "

### **Entsorgung**

Alle organischen Lösungen ausser der Fraktion mit dem reinen Ester werden im Kanister halogenfreie org. Lösungsmittel entsorgt. Die Fraktion mit dem reinen Ester wird in einem speziellen beschrifteten Gefäss gesammelt.

### **Fragen**

1. Erklären Sie anhand der Apparatur die Gleichgewichtsbeeinflussungen.
2. Erklären Sie das unterschiedliche Löslichkeitsverhalten der 4 Stoffe.
3. Weshalb misst man die pH-Werte?
4. Weshalb schüttelt man das Reaktionsgemisch mit NaHCO<sub>3</sub>-Lösung und warum entsteht dabei ein Ueberdruck?
5. Welchen Zweck erfüllt das Natriumsulfat?
6. Wieviel Ester kann theoretisch maximal entstehen (in Gramm und Mol)?  
Wieviel Ester, Rohprodukt bzw. rein, entstand in unserem Experiment?  
Wie hoch ist folglich die Ausbeute an Rohester und reinem Ester in %?