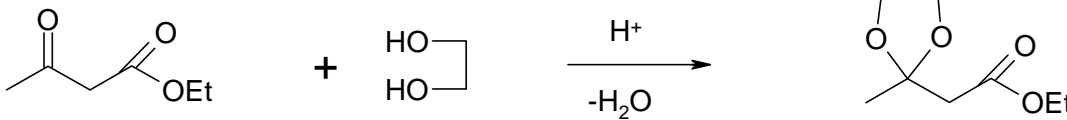


Acetale: **Acetessigester-ethylenketal**

Macroscale



Wasserab-
scheider

Vak.dest

Chemikalien:

Acetessigester
Ethylenglykol
Natronlauge

Toluol
p-Toluolsulfonsäure-Monohydrat

Durchführung der Reaktion:

In einen 100 ml Rundkolben mit Wasserabscheider und Rückflusskühler gibt man 13.0 g (100 mmol) Acetessigester, 50 ml Toluol und 6.5 g (105 mmol) Ethylenglykol, 50 mg p-Toluolsulfonsäure-Monohydrat sowie einige Siedesteine und erhitzt den Rundkolben, so dass das Toluol kräftig unter Rückfluss siedet. Das Erhitzen wird fortgesetzt, bis kein Wasser mehr abgeschieden wird (Menge des Wassers bestimmen!).

Isolierung und Reinigung

Das abgekühlte Reaktionsgemisch überführt man in einen Scheidetrichter, wäscht es mit 15 ml einer 10 %igen Natronlauge und zweimal mit je 20 ml Wasser. Die organische Phase wird über Kaliumcarbonat getrocknet. Nach dem Abtrennen des Trockenmittels wird Toluol am Rotationsverdampfer abdestilliert und der Rückstand im Membranpumpenvakuum destilliert (Siedepunkt im Bereich von 105-125 °C zu erwarten).

Auswertung:

Da kein Brechungsindex angegeben ist, kontrolliert man die Reinheit mit einem GC (ohne Lösungsmittel!) und versucht, etwaige Verunreinigungen, die mehr als 2 % ausmachen, durch Vergleich der Retentionszeiten zu identifizieren.

Literaturausbeute: 66 % der Theorie