

## Veresterung von Acetylendicarbonsäure

Reaktionstyp: Carbonylreaktion

### Arbeitstechniken und Methoden:

Standardverfahren und Vakuumdestillation

### Geräte:

Standardgeräte

### Chemikalien:

[doppelter Ansatz, bzw. kompletter Ansatz aus 04-01 weiterverwenden, da Produkt für Versuch 12-04 benötigt wird]

Teil 1:

- Acetylendicarbonsäure Kaliumsalz (aus 04-01) (2.0 g)
- konz. Schwefelsäure
- Diethylether

Teil 2:

- Acetylendicarbonsäure (2.0 g)
- Ethanol (abs.) (10 mL)
- konz. Schwefelsäure (1 mL)
- Diethylether

### Warnhinweise:

Acetylendicarbonsäure und das Kaliumsalz der Säure sind *sehr giftig* beim Einatmen, Verschlucken und bei Berührung mit der Haut. Sie reizen die Atmungsorgane und die Haut.

Schwefelsäure sollte als Gefahrenstoff bereits bekannt sein.

### Ausführung:

#### **Teil 1:**

Zu einer Lösung aus dem Kaliumsalz in Wasser (5 mL) werden ca. 0.1 mL konz. Schwefelsäure gegeben und die Mischung wird für mehrere Stunden (*möglicherweise über Nacht*) stehen gelassen. Anschließend wird der Feststoff abgenutscht (*Wobei handelt es sich bei dem Feststoff?*).

Der Feststoff wird daraufhin wieder in 5 mL Wasser gelöst. Nach Zugabe von 1 mL konz. Schwefelsäure wird die wässrige Lösung fünfmal mit je 5 mL Diethylether extrahiert. Nach dem Trocknen des Diethylethers über Natriumsulfat wird am Roti abdestilliert und der Rückstand im Exsikkator über Schwefelsäure getrocknet.

Ausbeute: ..... g

#### **Teil 2:**

Zu einer Lösung aus Acetylendicarbonsäure in abs. Ethanol wird die Schwefelsäure gegeben und die Mischung wird für 72 Stunden bei Raumtemperatur gerührt (*Was beobachten Sie?*).

Anschließend wird die Mischung auf Eis gegossen. Die wässrige Phase wird dreimal mit je 10 mL Diethylether extrahiert. Die vereinten organischen Phasen werden über  $\text{CaCl}_2$  getrocknet und das Lösemittel am Roti abdestilliert.

Nach dem Bestimmen der Rohausbeute wird zur Reinigung im Vakuum destilliert. Achten Sie auf die Dimension der Destillationsapparatur! Führen Sie ein genaues Destillationsprotokoll!

Fraktion	1	2	3
Siedepunkt (°C)			
Druck (mbar)			
Badtemp. (°C)			
Menge (g)			
Brechungsindex			

**Das Produkt wird in Versuch 12-04 weiterverwendet.**

### Fragen vor der Ausführung des Versuchs:

1. Geben Sie Reaktionsgleichung und Mechanismus der durchzuführenden Reaktion im Detail an.
2. Wie kann das Reaktionsende festgestellt werden?
3. Unterbreiten Sie Vorschläge zur Überprüfung der Einheitlichkeit der Produkte und deren Struktursicherung.

### Aufgaben nach der Durchführung des Versuchs:

4. Sichern Sie Einheitlichkeit und Struktur der erhaltenen Substanz entsprechend Frage 3!

**Produkt wird für V 12-04 benötigt. Entsprechend aufheben!!!**

### Literatur:

*Organic Syntheses*, CV 2, 10.