



# PROTOKOLL ORGANISCHE CHEMIE III

## Darstellung Essigsäure-n-hexylester aus Acetanhydrid und n-Hexanol

### Teilnehmer:

Roman-Luca Zank

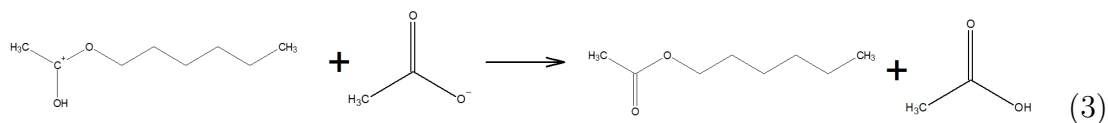
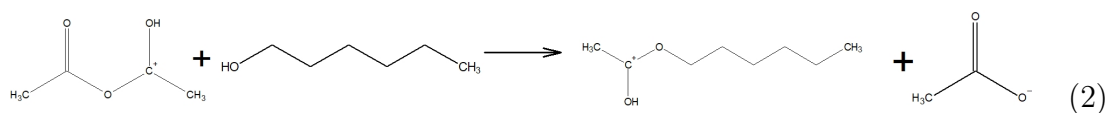
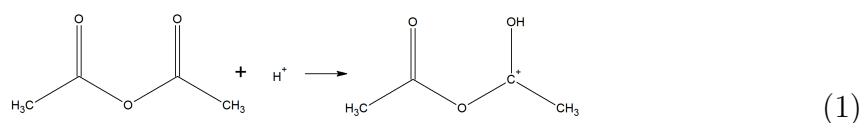
<b>Protokollführer:</b>	Roman-Luca Zank
<b>Datum der Versuchsdurchführung:</b>	03.12.2020
<b>Abgabe:</b>	08.12.2020

Merseburg den 08.12.2020

# 1 Einleitung und Versuchsziel

Im folgenden Versuch wird aus n-Hexanol und Acetanhydrid der Essigsäure-n-hexylester dargestellt. Hauptsächlich werden in diesem Versuch arbeitsmethodische Kenntnisse das Erhitzen mittels Rückflusskühlung, flüssig-flüssig-Extraktion sowie Aufbau und Durchführung einer Destillation benötigt. Das entsprechende Esterprodukt wird mittels Refraktometer untersucht und so die einzelnen Fraktionen miteinander verglichen.

Nachfolgend ist der Mechanismus der Veresterung dargestellt.



## 2 Geräte und Chemikalien

### Geräte:

- Magnetrührer mit Heizplatte und Rührfisch
- 100 mL-Messzylinder
- 500 mL-Dreihalskolben
- 500 mL-Zweihalsrundkolben
- 4x Rundkolben für Destillat
- großer Scheidetrichter
- Bechergläser (1 L, 200 mL)
- Glastrichter
- Schliff fett
- Refraktometer
- Wasserschläuche
- LIEBIG-Kühler
- Rückflusskühler
- Hebebühne
- Verbindungsschlauch für Rundkolben
- Thermometer
- Löffel und Spatel
- 90 °-Vakuum-Destillations-Adapter
- Watte

**Proben/Chemikalien:**

- 99,3 mL Acetanhydrid
- 124,6 mL n-Hexanol
- destilliertes Wasser
- 10 Tropfen konz. Schwefelsäure
- Calciumchlorid (Calciumchloridrohr)
- 300 mL Eiswasser
- Silikonöl (Ölbad)
- Natriumsulfat (3 Löffel)
- 2x 40 mL Natriumcarbonat-Lösung
- Aceton
- Diethylether
- Essigsäure-n-hexylester

## 3 Versuchsdurchführung

**Durchführung:**

Beginnend mit der Zugabe von 99,3 mL Acetanhydrid

**Entsorgung:**

Die Nelkensuspension wird in einem Kunststofftrichter mit Filterpapier abfiltriert. Der Filterkuchen wurde im Hausmüll und das Filtrat im Abfluss entsorgt. Das Cyclohexan wurde im organischen Abfallbehälter entsorgt.

## 4 Ergebnisse

**Ausbeute**

Mit den eingewogenen 25 g Nelkenblüten und der Probenmasse von 3,87 g berechnet sich in Gleichung 4 der Naturstoffgehalt für diese Versuchsdurchführung.

$$\begin{aligned}\eta &= \frac{m_{\text{Probe}}}{m_{\text{Naturstoff}}} \\ &= \frac{3,87 \text{ g}}{25,03 \text{ g}} \\ &= \underline{15,46 \%}\end{aligned}\tag{4}$$

**Gaschromatografie mit Massenspektren**

In den Abbildungen ?? und ?? sind die aufgenommenen Chromatogramme des Nelkenöls dargestellt. In beiden Abbildungen sind drei Peaks bei ähnlichen Retentionszeiten zu erkennen. Diese stehen für die drei Hauptverbindungen des Nelkenöls. Es lassen sich Retentionszeiten der Peaks bei 26,43 min, 28,15 min und 30,24 min ablesen. Es lassen sich Abweichungen der Chromatogramme ab der 2. Nachkommastelle feststellen.

In den Abbildungen ?? bis ?? sind die Massenspektren für die Retentionszeiten aus den Chromatogrammen dargestellt.

In Abbildung ?? ist die maximal gemessene molare Masse  $164 \frac{\text{g}}{\text{mol}}$  für eine Retentionszeit von 26,43 min. Dementsprechend besitzt die Verbindung im ersten, höchsten Peak eine molare Masse von  $164 \frac{\text{g}}{\text{mol}}$ .

In Abbildung ?? ist die maximal gemessene molare Masse  $204 \frac{\text{g}}{\text{mol}}$  für eine Retentionszeit von 28,15 min. Dementsprechend besitzt die Verbindung im zweiten Peak eine molare Masse von  $204 \frac{\text{g}}{\text{mol}}$ .

In Abbildung ?? ist die maximal gemessene molare Masse  $206 \frac{\text{g}}{\text{mol}}$  für eine Retentionszeit von 30,24 min. Dementsprechend besitzt die Verbindung im dritten Peak eine molare Masse von  $206 \frac{\text{g}}{\text{mol}}$ .

## Zusammensetzung

Das Auswertungsprogramm für die Chromatogramme gab, wie in Abbildung ?? zu sehen, über eine Berechnung der Flächen unter den Peaks der jeweiligen Verbindungen an, zu welchen Anteilen diese Prozentual im Öl vertreten sind.

In Tabelle 1 sind zusammengetragenen Ergebnisse noch einmal zusammengefasst:

Tab. 1: Zusammengefasste Ergebnisse der Gaschromatografie und der Massenspektroskopie

Verbindung	Retentionszeit [min]	Molare Masse $\left[\frac{\text{g}}{\text{mol}}\right]$	Anteil [%]
Verbindung 1	26,43	164	76,2
Verbindung 2	28,15	204	11,5
Verbindung 3	30,24	206	12,3

## 5 Diskussion der Ergebnisse

Eine Ausbeute von 15,48 % erscheint realistisch, da Nelken die ätherischen Öle lediglich als flüchtige Komponenten und nicht Strukturbausteine der Blüten enthalten.

Die Ergebnisse aus der Gaschromatografie (siehe Tab. 1) ergeben, dass sich hauptsächlich drei Verbindungen im Nelkenöl befinden. Dies deckt sich mit den einleitenden Worten des Protokolls unter Abschnitt 1. Anhand des vergleichsweise großen Anteils von 76,2 % im Nelkenöl lässt sich vermuten, dass Verbindung 1 aus Tabelle 1 die Verbindung Eugenol ist. Vergleicht man die gemessene molare Masse der ersten Verbindung mit der des Eugenols, so sind diese mit  $164 \frac{\text{g}}{\text{mol}}$  identisch [1]. Das unterstützt die These, dass Verbindung 1 mit dem höchsten Peak im Chromatogramm Eugenol entspricht.

Die zweite Verbindung mit  $204 \frac{\text{g}}{\text{mol}}$  könnte somit dem  $\beta$ -Caryophyllen entsprechen [3]. Der Anteil von 11,5 % deckt sich ebenfalls mit der Angabe der Literatur (ca. 10% und mehr) und bestätigt somit, dass Verbindung 2 dem  $\beta$ -Caryophyllen entspricht [2].

Die dritte Verbindung weist mit  $206 \frac{\text{g}}{\text{mol}}$  die molare Masse von Eugenolacetat auf. In der Literatur mit 5-10 % angegeben, scheint der Anteil von 12,3 % als plausibel [2]. Weitere Quellen sprechen auch von bis zu 17 % Anteil an Eugenolacetat [4].

Somit ergibt sich, dass das extrahierte Nelkenöl wie zu Beginn erwartet die Verbindungen Eugenol, Eugenolacetat und  $\beta$ -Caryophyllen enthält. Die überarbeitete Tabelle 1 ist nun unter Tabelle 2 wiederzufinden.

Tab. 2: Gaschromatische und massenspektroskopische Daten des Nelkenöls

Verbindung	Retentionszeit [min]	Molare Masse $\frac{\text{g}}{\text{mol}}$	Anteil [%]
Eugenol	26,43	164	76,2
$\beta$ -Caryophyllen	28,15	204	11,5
Eugenolacetat	30,24	206	12,3

# Literatur

- [1] BERGER, Andrea ; HARTMANN-SCHREIER, Jenny: *Eugenol*. Thieme Gruppe, 2017 <https://roempp.thieme.de/lexicon/RD-05-02145>
- [2] KRAMMER, Gerhard: *Nelkenöle*. Thieme Gruppe, 2003 <https://roempp.thieme.de/lexicon/RD-14-00705>
- [3] RÖMPP-REDAKTION: *Caryophyllene*. Thieme Gruppe, 2002 <https://roempp.thieme.de/lexicon/RD-03-00612>
- [4] WIKIPEDIA (Hrsg.): *Nelkenöl*. Version: 2020. <https://de.wikipedia.org/w/index.php?title=Nelkenöl&oldid=200175144>, Abruf: 10.11.2020