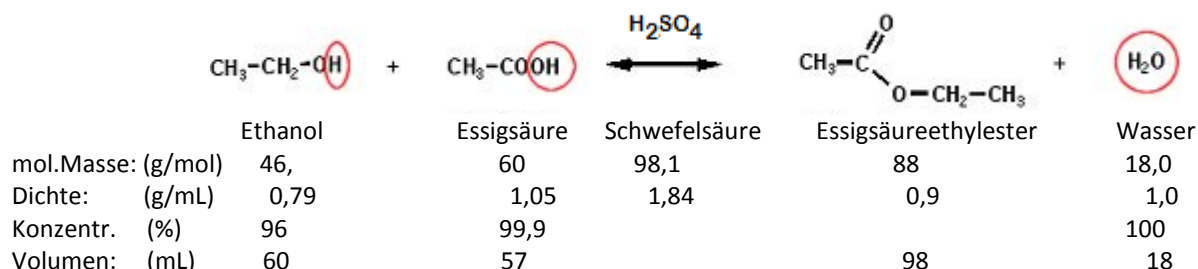




Prinzip

Man lässt die beiden konkurrierenden Reaktionen bei 60°C mit einer hohen Katalysatormenge ablaufen, um die Einstellung des Gleichgewichts per GC innerhalb einer Doppelstunde verfolgen zu können.



Aufbau

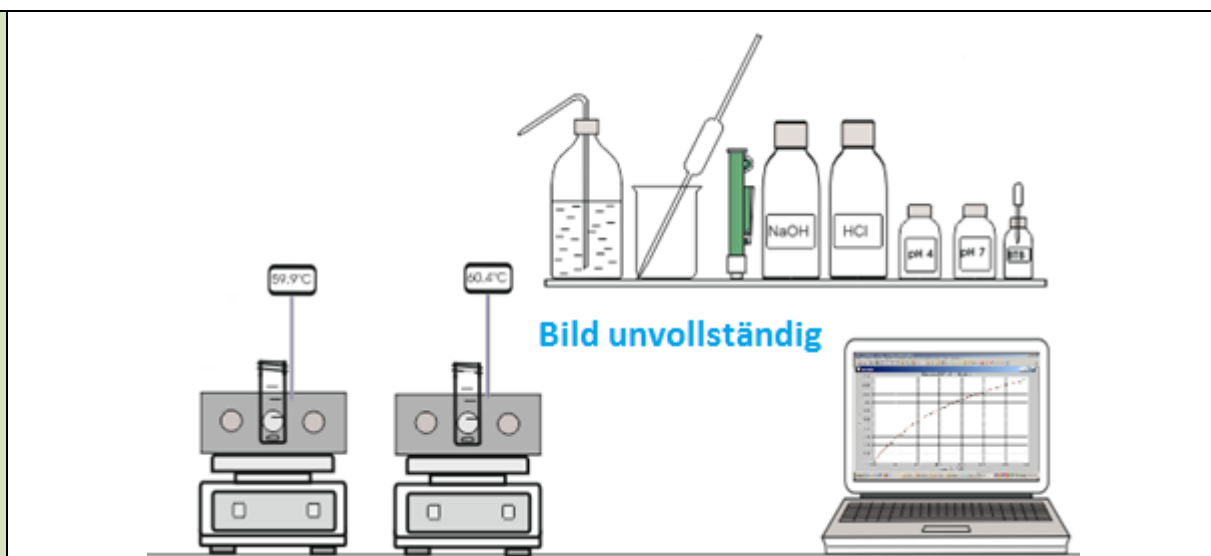


Bild unvollständig

Benötigte Geräte

- 2 AK-SÜS-Magnettrührer, heizbar
- 2 AK-SÜS-Blöcke
- 4 AK-SÜS-Gefäße, GL25
- 2 Rührmagnete
- 2 Thermometer
- 2 Messpipetten, 10 ml
- 2 Messpipetten, 2 ml
- Pipettierhilfe

- Uhr für Zeitnahme
- Modularer GC im Koffer mit TGS Gassensor!
- Säule 2: Chromosorb OV101 0,4 m, gelber Kabelbinder
- All-Chem-MisstTH
- x Insulinspritzen, 0,5 mL (50 Einheiten)

Verwendete Chemikalien

- Ethanol
- Essigsäure
- Schwefelsäure
- Essigsäureethylester
- Dest. Wasser

Vorbereitung des Versuchs

1. Veresterung

- ▶ In das erste AK-SÜS-Glas 5,7 mL Essigsäure und 0,5 mL Schwefelsäure einfüllen, einen Rührmagneten zugeben und in die Mitte des ersten Heizblockes stellen.
- ▶ In das zweite AK-SÜS-Glas 6,0 mL Ethanol einfüllen, ebenfalls in den ersten Heizblock stellen.

2. Verseifung

- ▶ In das erste AK-SÜS-Glas 1,8 mL Wasser und 0,5 mL Schwefelsäure einfüllen, einen Rührmagneten zugeben und in die Mitte des zweiten Heizblockes stellen.
- ▶ In das zweite AK-SÜS-Glas 9,8 mL Ethansäureethylester einfüllen, ebenfalls in den zweiten Heizblock stellen
- ▶ Beide Blöcke auf 60°C erhitzen



Vorbereitung am Computer

- ▶ **AK Analytik 11** starten; **Messen** mit **Geräte-Schnellstarter** **GC App**
- ▶ **GC 15 TGS wählen** und **Weiter**
- ▶ Die Anweisungen befolgen und jeweils **'abhaken'**, dann **Weiter**
- ▶ dann bei bestätigter Verbindung nochmal **Weiter**

Vorge-
hensweise
bei der
Proben-
nahme

- ▶ **Immer kleine Probenvolumina einsetzen – Insulinspritzen verwenden!**
- ▶ Bei laufendem Rührer über der Flüssigkeit ca. 0,1 mL Gas (10 Einheiten) in die Insulinspritze aufziehen
- ▶ Spritze komplett entleeren
- ▶ 0,5 mL Luft (50 Einheiten) aufziehen
- ▶ Spritze zum zweiten Mal komplett entleeren
- ▶ 0,5 mL Luft (50 Einheiten) aufziehen
- ▶ bis 0,1 mL (10 Einheiten) entleeren

Durch-
führung

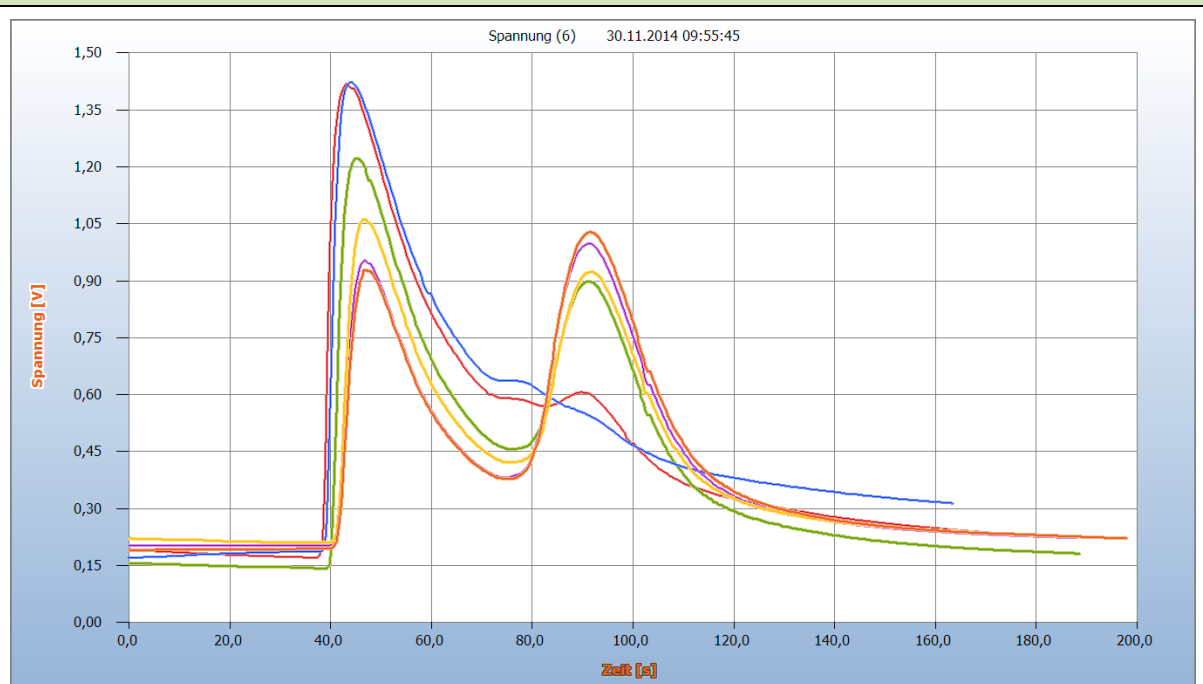
- ▶ Warten, bis die Temperatur erreicht ist und die Uhr einen runden Wert anzeigt.
- ▶ Mit der Veresterung beginnend das äußere AK SÜS-Glas vorsichtig in das mittlere ausgießen und den Rührer anstellen.
- ▶ Nach 1 Minute eine Probe entnehmen - wie oben beschrieben - und in den Chromatographen einspritzen.
- ▶ Weitere Probeentnahmen erfolgen nach 10 und nach 60 Minuten
- ▶ bei einer runden Zeit auch bei der Verseifung das äußere AK SÜS-Glas vorsichtig in das mittlere ausgießen und den Rührer anstellen.
- ▶ Nach 1 Minute eine Probe entnehmen - wie oben beschrieben - und in den Chromatographen einspritzen.
- ▶ Weitere Probeentnahmen erfolgen nach 10 und nach 60 Minuten

Wegen der besseren Vergleichbarkeit befinden sich die Graphen auf der nächsten Seite



Aus-
Wertung

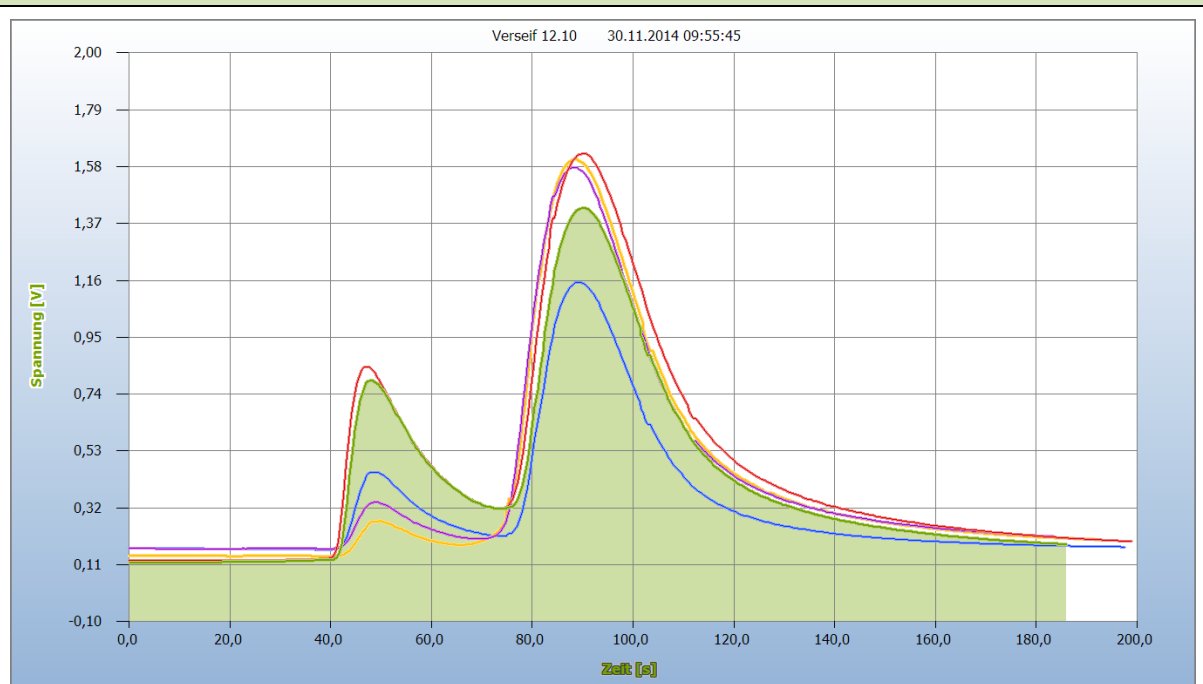
Veres-
terung



Vorläufige Kurven der Veresterung

Aus-
Wertung

Versei-
fung



Vorläufige Kurven der Verseifung

Tipps

Keinen „chemischen Ethanol“ einsetzen- er enthält Vergällungsmittel – besser ist Weingeist aus der Brauerei inclusive Branntweinsteuer.

Beachten:



Entsorgung

Organische Abfälle

Literatur

Eigene Experimente