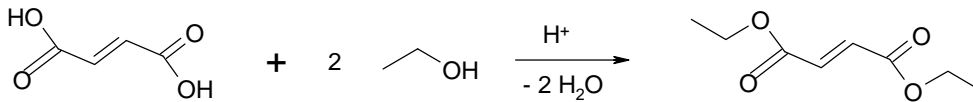


Säurekat. Veresterung: **Fumarsäurediethylester**

*Macroscale*



Rückfluß  
Dest. Vak.

**Chemikalien:**

Fumarsäure  
MTBE

Ethanol  
Calciumoxid

**Durchführung der Reaktion:**

a) Absolutieren von Ethanol

In einen 500 ml Rundkolben werden 2 mol Ethanol und 25 g Calciumoxid gegeben. Nach Aufsetzen eines Dimroth-Kühlers und eines Trockenrohres wird das Gemisch im Ölbad 3 Stunden am Rückfluss erhitzt. Nach dem Abkühlen des Kolbeninhalts wird der Rückflusskühler durch eine Destillationsbrücke ersetzt und das Ethanol unter Ausschluss von Luftfeuchtigkeit überdestilliert.

b) Veresterung

In einem Rundkolben mit Rückflusskühler werden 100 mmol Fumarsäure mit 1,0 mol wasserfreiem Ethanol nach Zusatz von 2 ml konz. Schwefelsäure 4 Stunden unter Rückfluss erhitzt.

**Isolierung und Reinigung**

Nach Abkühlen des Gemischs werden am Rotationsverdampfer etwa zwei Drittel des Alkohols abdestilliert. Den Rückstand gießt man in 120 ml Eiswasser und setzt 75 ml MTBE zu. Man trennt die organische Schicht im Scheidetrichter ab und extrahiert die wässrige Phase noch zweimal mit je 25 ml MTBE. Die vereinigten Etherextrakte werden nun dreimal mit je 15 ml gesättigter Natriumhydrogencarbonatlösung ausgeschüttelt. Nach dem Neutralwaschen mit Wasser wird mit Natriumsulfat getrocknet.

Nach Abtrennen des Trockenmittels wird am Rotationsverdampfer der Ether abdestilliert, der Rückstand in einen Spitzkolben umgefüllt und im Vakuum destilliert; der Siedepunkt ist im Bereich von 90-100 °C bei 16 Torr zu erwarten.

Literaturausbeute: 60 % der Theorie

Lit.-n<sub>D</sub>: 1.4406