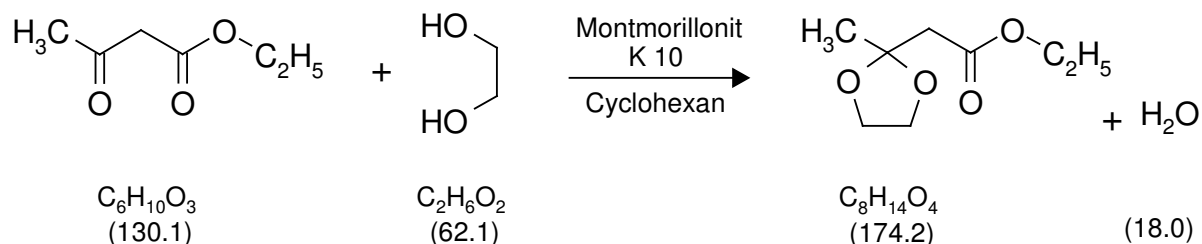


## 2002 Säurekatalysierte Acetalisierung von Acetessigsäureethylester mit Ethandiol zum entsprechenden Dioxolan



### Klassifizierung

#### Reaktionstypen und Stoffklassen

Reaktion der Carbonylgruppe in Ketonen, Acetalisierung

Keton, Alkohol, Acetal, Schutzgruppe, Säurekatalysator

#### Arbeitsmethoden

Entfernen von Wasser durch azeotrope Destillation, Rühren mit KPG-Rührer, Abfiltrieren, Abrotieren, Destillieren unter vermindertem Druck, Fraktionierendes Destillieren über eine Kolonne, Rektifizieren, Heizen mit Ölbad

Bei 10 mmol Ansatz:

Rühren mit Magnetrührer anstelle von KPG-Rührer, Erhitzen unter Rückfluss mit Soxhlet-Extraktionsaufsatz anstelle von Wasserabscheider, kein Destillieren über eine Kolonne

### Versuchsvorschrift (Ansatzgröße 200 mmol)

#### Geräte

500 mL Dreihalskolben, 100 mL Rundkolben, Wasserabscheider, Rückflusskühler, KPG-Rührer, Heizplatte, Destillationsapparatur oder Rotationsverdampfer, 30 cm Vigreux-Kolonne mit Vakuummantel (Schliffgröße möglichst NS 29/32), Vakuumkolonnenkopf, Vakuumpumpe, Ölbad

#### Chemikalien

|                                        |                            |
|----------------------------------------|----------------------------|
| Ethandiol (Sdp. 198 °C)                | 14.9 g (13.5 mL, 240 mmol) |
| Acetessigsäureethylester (Sdp. 180 °C) | 26.0 g (25.2 mL, 200 mmol) |
| Cyclohexan (Sdp. 81 °C)                | 220 mL                     |
| Montmorillonit K 10                    | 12.0 g                     |

Für ein Derivat:

|                                           |       |
|-------------------------------------------|-------|
| 2,4-Dinitrophenylhydrazin (Schmp. 203 °C) | 2.0 g |
| konz. $\text{H}_2\text{SO}_4$             | 10 mL |
| Ethanol (Sdp. 78 °C)                      | 50 mL |

### Durchführung der Reaktion

In einen trockenen 500 mL Dreihalskolben mit KPG-Rührer, Wasserabscheider und Rückflusskühler werden 200 mL Cyclohexan, 26.0 g (25.2 mL, 200 mmol) Acetessigsäureethylester, 14.9 g (13.4 mL, 240 mmol) Ethandiol und 12.0 g Montmorillonit K 10 gegeben und unter Rühren mit einem KPG-Rührer so lange am Wasserabscheider unter Rückfluss zum Sieden erhitzt, bis sich kein Wasser mehr abscheidet (etwa 3 h, abgeschiedene wässrige Phase 6.8 mL).

### Aufarbeitung

Nach dem Abkühlen auf Raumtemperatur wird die Suspension über einen Faltenfilter in einen 500 mL Rundkolben filtriert und der Rückstand mit 20 mL Cyclohexan nachgewaschen. Das Lösungsmittel wird bei Normaldruck abdestilliert oder bei schwachem Vakuum (235 hPa, Badtemperatur 50 °C) abrotiert. Es bleibt ein hellgelber ölicher Rückstand als Rohprodukt. Rohausbeute: 26.1 g; GC-Reinheit 92% (siehe Analytik)

Der Rückstand wird in einen 100 mL Rundkolben überführt und bei etwa 14 hPa über eine 30 cm lange Vigreux-Kolonne mit Vakuummantel fraktionierend destilliert.

Destillationsprotokoll (Beispiel):

| Fraktion | Kopftemperatur<br>(°C) | Druck<br>(hPa) | Ölbadtemperatur<br>(°C) | Masse<br>(g) | GC-Reinheit<br>(%) <sup>*)</sup> |
|----------|------------------------|----------------|-------------------------|--------------|----------------------------------|
| 1        | bis 77                 | 8.1            | 122                     | 0.453        | 41.6                             |
| 2        | 78-85                  | 12.0           | 130                     | 0.823        | 48.9                             |
| 3        | 85-86                  | 9.1-11.0       | 133                     | 1.611        | 75.1                             |
| 4        | 86-87                  | 9.0-11.0       | 137                     | 4.179        | 90.4                             |
| 5        | 86-87                  | 9.0-10.0       | 137                     | 7.001        | 93.8                             |
| 6        | 86-87                  | 8.0-9.0        | 140                     | 8.815        | 98.7                             |
| 7        | 86-76                  | 8.0            | 140-160                 | 1.314        | 98.7                             |

\*) Hier ist der Gehalt einer Fraktion an Produkt angegeben, der Rest ist überwiegend Acetessigsäureethylester

Destillationsrückstand: 1.85 g

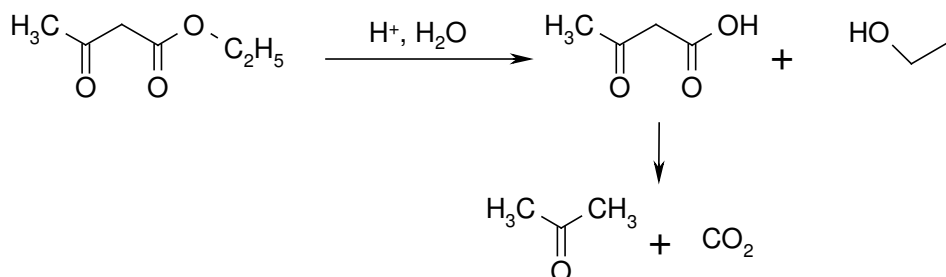
Ausbeute (Fraktionen 4-7): 21.3 g (122 mmol, 61%); Sdp. 86-87 °C (8-10 hPa); farblose Flüssigkeit

### Anmerkungen

Der KPG-Rührer sollte nicht durch einen Magnetrührer ersetzt werden, weil der Montmorillonit K 10 am Anfang der Reaktion durch den Wassergehalt der Lösung etwas zusammenbackt; wenn nicht ausreichend gerührt wird, kann es zu starken Siedeverzügen kommen.

Die Ausbeute der Reaktion ist nicht besonders hoch. Entsprechend der Massenbilanz zwischen Edukten und isoliertem Produkt muss man annehmen, dass leichtflüchtige Nebenprodukte entstanden und spätestens beim Abdestillieren des Lösungsmittels mit überdestilliert und verloren gegangen sind.

Mögliche Nebenreaktion:



Argumente dafür:

CO<sub>2</sub> lässt sich nachweisen, wenn man an den Rückflusskühler eine Waschflasche mit gesättigter Ba(OH)<sub>2</sub>-Lösung anschließt und durch eine weitere Waschflasche sicherstellt, dass kein CO<sub>2</sub> aus der Außenluft in die erste Waschflasche gelangt. Es bildet sich während der Reaktion ein Bariumcarbonat-Niederschlag.

Das Volumen der im Wasserabscheider gesammelten wässrigen Phase ist fast doppelt so groß wie die für die Acetalisierungsreaktion zu erwartende Wassermenge (6.8 statt 3.6 mL).

Wird eine Probe der wässrigen Phase mit CDCl<sub>3</sub> ausgeschüttelt und von der CDCl<sub>3</sub>-Lösung ein <sup>1</sup>H NMR-Spektrum aufgenommen, findet man die Signale für Aceton und Ethanol.

Im abdestillierten Cyclohexan, vor allem in den ersten Fraktionen, findet man mit GC ebenfalls Aceton und Ethanol.

Aus der wässrigen Phase im Wasserabscheider lässt sich mit 2,4-Dinitrophenylhydrazin das Hydrazon des Acetons ausfällen: Zu 2 g 2,4-Dinitrophenylhydrazin gibt man 10 mL konz. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, dann unter Schütteln tropfenweise 14 mL H<sub>2</sub>O. Die noch warme Lösung wird mit 50 mL Ethanol versetzt. Etwa 2 mL der abgeschiedenen wässrigen Phase werden mit 50 mL dieser Lösung versetzt. Es fällt ein feinkristalliner orangefarbener Niederschlag aus. Wenn nach einigen Minuten nichts ausfällt, gibt man tropfenweise etwas Wasser zu bis sich die ersten Kristalle bilden. Der Niederschlag wird abgesaugt und getrocknet. Schmp. 115–117 °C (ohne Umkristallisation).

## Abfallbehandlung

### Recycling

Das Cyclohexan der Reaktionslösung wird gesammelt und rektifiziert, allerdings kann es je nach der Qualität der Rektifikation Aceton und Ethanol enthalten.

Montmorillonit K 10 kann nach Trocknung wiederverwendet werden.

**Entsorgung**

| Abfall                                     | Entsorgung                                 |
|--------------------------------------------|--------------------------------------------|
| Cyclohexan, wenn nicht zurückgewonnen      | Lösungsmittel, halogenfrei                 |
| Montmorillonit K 10                        | Feststoffabfall, quecksilberfrei           |
| wässrige Phase aus dem Wasserabscheider    | Lösungsmittel-Wasser-Gemische, halogenfrei |
| Destillationsrückstand                     | Lösungsmittel, halogenfrei                 |
| Mutterlauge des 2,4-Dinitrophenylhydrazons | Lösungsmittel-Wasser-Gemische, halogenfrei |

**Zeitbedarf**

Insgesamt etwa 7 Stunden

**Unterbrechungsmöglichkeit**

Nach Abfiltrieren der Reaktionslösung vom Montmorillonit und nach Abdestillieren des Lösungsmittels

**Schwierigkeitsgrad**

Mittel

**Versuchsvorschrift (Ansatzgröße 1 mol)****Geräte**

1 L Dreihalskolben, 250 mL Rundkolben, Wasserabscheider, Rückflusskühler, KPG-Rührer, Heizplatte, Ölbad, Rotationsverdampfer, 30 cm Vigreux-Kolonne mit Vakuummantel (Schliffgröße möglichst NS 29/32), Vakuumkolonnenkopf, Vakuumpumpe

**Chemikalien**

|                                        |                            |
|----------------------------------------|----------------------------|
| Ethandiol (Sdp. 198 °C)                | 74.5 g (67.7 mL, 1.20 mol) |
| Acetessigsäureethylester (Sdp. 180 °C) | 130 g (126 mL, 1.00 mol)   |
| Cyclohexan (Sdp. 81 °C)                | 650 mL                     |
| Montmorillonit K 10                    | 60 g                       |

Für ein Derivat:

|                                           |       |
|-------------------------------------------|-------|
| 2,4-Dinitrophenylhydrazin (Schmp. 203 °C) | 2.0 g |
| konz. H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>      | 10 mL |
| Ethanol (Sdp. 78 °C)                      | 50 mL |

**Durchführung der Reaktion**

In einen trockenen 1 L Dreihalskolben mit KPG-Rührer, Wasserabscheider und Rückflusskühler werden 600 mL Cyclohexan, 130 g (126 mL, 1.00 mol) Acetessigsäureethylester, 74.5 g (67.7 mL, 1.20 mol) Ethandiol und 60 g Montmorillonit K 10 gegeben und unter Rühren mit einem KPG-Rührer so lange am Wasserabscheider unter Rückfluss zum Sieden

erhitzt, bis sich kein Wasser mehr abscheidet (etwa 13 Stunden, abgeschiedene wässrige Phase 34 mL).

### Aufarbeitung

Nach dem Abkühlen auf Raumtemperatur wird die Suspension über einen Faltenfilter in einen 1 L Rundkolben filtriert und der Rückstand mit 50 mL Cyclohexan nachgewaschen. Das Lösungsmittel wird bei schwachem Vakuum (235 hPa, Badtemperatur 50 °C) abrotiert. Es bleibt ein hellgelber öliger Rückstand als Rohprodukt.

Rohausbeute: 132 g; GC-Reinheit 91%

Das Rohprodukt wird in einen 250 mL Rundkolben überführt und bei etwa 14 hPa über eine 30 cm lange Vigreux-Kolonne mit Vakuummantel fraktionierend destilliert.

Destillationsprotokoll (Beispiel):

| Fraktion | Kopftemperatur<br>(°C) | Druck<br>(hPa) | Ölbadtemperatur<br>(°C) | Masse<br>(g) | GC-Reinheit<br>(%) <sup>*)</sup> |
|----------|------------------------|----------------|-------------------------|--------------|----------------------------------|
| 1        | bis 80                 | 9.7-10.0       | bis 126                 | 1.29         | 53.6                             |
| 2        | 77-82                  | 8.4-10.0       | 126-130                 | 2.43         | 61.1                             |
| 3        | 83-88                  | 12.0-13.0      | 125                     | 6.71         | 71.1                             |
| 4        | 88-89                  | 11.0-12.0      | 125-130                 | 5.15         | 79.6                             |
| 5        | 87-88                  | 9.4-11.0       | 132                     | 14.16        | 87.7                             |
| 6        | 86-87                  | 8.9-9.1        | 132                     | 6.78         | 92.3                             |
| 7        | 86                     | 8.4-8.6        | 133                     | 11.15        | 95.5                             |
| 8        | 86-89                  | 8.4-10.0       | 133                     | 9.72         | 97.5                             |
| 9        | 87-88                  | 8.1-8.5        | 133                     | 14.88        | 98.4                             |
| 10       | 89                     | 9.1-9.5        | 133                     | 15.22        | 98.9                             |
| 11       | 86-88                  | 8.3-9.1        | 133                     | 15.37        | 99.2                             |
| 12       | 89                     | 9.0            | 133                     | 14.70        | 99.0                             |
| 13       | 89                     | 9.0            | 133                     | 9.52         | 98.2                             |
| 14       | 87-88                  | 8.4            | 133-155                 | 1.94         | 96.4                             |

<sup>\*)</sup> Hier ist der Gehalt einer Fraktion an Produkt angegeben, der Rest ist überwiegend Acetessigsäureethylester

Destillationsrückstand: 2.35 g

Ausbeute (Fraktionen 9 bis 13): 69.7 g (400 mmol, 40%)

Ausbeute (Fraktionen 5 bis 8): 41.8 g (240 mmol, 24%)

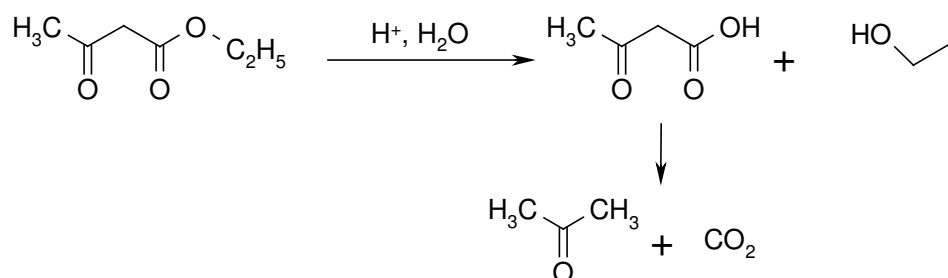
### Anmerkungen

Der KPG-Rührer kann bei diesem großen Ansatz auf keinen Fall durch einen Magnetrührer ersetzt werden, weil es durch den Feststoff im Kolben zu starken Siedeverzügen kommt, wenn nicht ausreichend gerührt wird.

Die Ausbeute der Reaktion ist nicht besonders hoch. Entsprechend der Massenbilanz zwischen Edukten und isoliertem Produkt muss man annehmen, dass leichtflüchtige Neben-

produkte entstanden und spätestens beim Abdestillieren des Lösungsmittels mit überdestilliert und verloren gegangen sind.

Mögliche Nebenreaktion:



Argumente dafür:

$\text{CO}_2$  lässt sich nachweisen, wenn man an den Rückflusskühler eine Waschflasche mit gesättigter  $\text{Ba}(\text{OH})_2$ -Lösung anschließt und durch eine weitere Waschflasche sicherstellt, dass kein  $\text{CO}_2$  aus der Außenluft in die erste Waschflasche gelangt. Es bildet sich während der Reaktion ein Bariumcarbonat-Niederschlag.

Das Volumen der im Wasserabscheider gesammelten wässrigen Phase ist fast doppelt so groß wie die für die Acetalisierungsreaktion zu erwartende Wassermenge (34 statt 18 mL).

Wird eine Probe der wässrigen Phase mit  $\text{CDCl}_3$  ausgeschüttelt und von der  $\text{CDCl}_3$ -Lösung ein  $^1\text{H}$  NMR-Spektrum aufgenommen, findet man die Signale für Aceton und Ethanol.

Im abdestillierten Cyclohexan, vor allem in den ersten Fraktionen, findet man mit GC ebenfalls Aceton und Ethanol.

Aus der wässrigen Phase im Wasserabscheider lässt sich mit 2,4-Dinitrophenylhydrazin das Hydrazon des Acetons ausfällen: Zu 2 g 2,4-Dinitrophenylhydrazin gibt man 10 mL konz.  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , dann unter Schütteln tropfenweise 14 mL  $\text{H}_2\text{O}$ . Die noch warme Lösung wird mit 50 mL Ethanol versetzt. Etwa 2 mL der abgeschiedenen wässrigen Phase werden mit 50 mL dieser Lösung versetzt. Es fällt ein feinkristalliner orangefarbener Niederschlag aus. Wenn nach einigen Minuten nichts ausfällt, gibt man tropfenweise etwas Wasser zu bis sich die ersten Kristalle bilden. Der Niederschlag wird abgesaugt und getrocknet. Schmp. 115–117 °C (ohne Umkristallisation).

## Abfallbehandlung

### Recycling

Das Cyclohexan der Reaktionslösung wird gesammelt und rektifiziert, allerdings kann es je nach der Qualität der Rektifikation Aceton und Ethanol enthalten.

Montmorillonit K 10 kann nach Trocknung wiederverwendet werden.

**Entsorgung**

| Abfall                                     | Entsorgung                                 |
|--------------------------------------------|--------------------------------------------|
| Cyclohexan, wenn nicht zurückgewonnen      | Lösungsmittel, halogenfrei                 |
| Montmorillonit K 10                        | Feststoffabfall, quecksilberfrei           |
| wässrige Phase aus dem Wasserabscheider    | Lösungsmittel-Wasser-Gemische, halogenfrei |
| Destillationsrückstand                     | Lösungsmittel, halogenfrei                 |
| Mutterlauge des 2,4-Dinitrophenylhydrazons | Lösungsmittel-Wasser-Gemische, halogenfrei |

**Zeitbedarf**

Insgesamt etwa 20 Stunden

**Unterbrechungsmöglichkeit**

Nach Abfiltrieren der Reaktionslösung vom Montmorillonit und nach Abdestillieren des Lösungsmittels

**Schwierigkeitsgrad**

Mittel

**Versuchsvorschrift (Ansatzgröße 10 mmol)****Geräte**

100 mL Rundkolben, 30 mL Soxhlet-Extraktionsaufsatz mit Extraktionshülse, Rückflusskühler, heizbarer Magnetrührer, Magnetrührstab, Ölbad, Mikrodestillationsapparatur, Vakuumpumpe

**Chemikalien**

|                                        |                              |
|----------------------------------------|------------------------------|
| Ethandiol (Sdp. 198 °C)                | 745 mg (0.677 mL, 12.0 mmol) |
| Acetessigsäureethylester (Sdp. 180 °C) | 1.30 g (1.26 mL, 10.0 mmol)  |
| Cyclohexan (Sdp. 81 °C)                | 60.0 mL                      |
| Montmorillonit K 10                    | 600 mg                       |
| Molekularsieb 4 Å                      | 5.0 g                        |

**Durchführung der Reaktion**

In einen trockenen 100 mL Rundkolben mit Magnetrührer, 30 mL Soxhlet-Extraktionsaufsatz und Rückflusskühler werden 50 mL Cyclohexan, 1.30 g (1.26 mL, 10.0 mmol) Acetessigsäureethylester, 745 mg (0.677 mL, 12.0 mmol) Ethandiol und 600 mg Montmorillonit K 10 gegeben. In die Extraktionshülse im Soxhlet-Extraktionsaufsatz füllt man 5.0 g Molekularsieb, um das bei der Reaktion gebildete Wasser zu binden. Unter Rühren erhitzt man 3 Stunden unter Rückfluss zum Sieden.

**Aufarbeitung**

Nach dem Abkühlen auf Raumtemperatur wird die Suspension über einen Faltenfilter in einen 100 mL Rundkolben filtriert und der Rückstand mit 10 mL Cyclohexan nachgewaschen. Das

Lösungsmittel wird bei Normaldruck abdestilliert. Es bleibt ein farbloser öliger Rückstand.  
Rohausbeute: 1.13 g

Der Rückstand wird bei etwa 14 hPa in einer Mikrodestillationsapparatur destilliert.

Ausbeute: etwa 1.0 g (5.7 mmol, 57%); Sdp. 85-89 °C (12-14 hPa)

Die Ausbeute ist sehr abhängig von der Art der Destillationsapparatur und von der Destillationskunst. Die Reinheit des Produkts (GC) variiert je nach Qualität der Destillation zwischen 89 und 95%.

### **Abfallbehandlung**

#### **Recycling**

Molekularsieb kann regeneriert werden.

#### **Entsorgung**

| <b>Abfall</b>          | <b>Entsorgung</b>                |
|------------------------|----------------------------------|
| Cyclohexan             | Lösungsmittel, halogenfrei       |
| Montmorillonit K 10    | Feststoffabfall, quecksilberfrei |
| Destillationsrückstand | Lösungsmittel, halogenfrei       |

#### **Zeitbedarf**

Insgesamt etwa 5 Stunden

#### **Unterbrechungsmöglichkeit**

Nach Abfiltrieren der Reaktionslösung vom Montmorillonit

#### **Schwierigkeitsgrad**

Mittel

### **Analytik**

#### **Reaktionskontrolle**

Zur Reaktionskontrolle kann GC eingesetzt werden, bei den großen Ansätzen auch das Ende der Abscheidung der wässrigen Phase.

Probenvorbereitung für GC:

Wenn eine Reaktionskontrolle mit GC geplant ist, sollte man als Reaktionsgefäß einen Mehrhalskolben verwenden. Vor Entnahme einer Probe lässt man die Reaktionslösung etwas abkühlen, pipettiert etwa 3 mL der Lösung durch einen Filter in einen kleinen Rundkolben, rotiert das Lösungsmittel ab und analysiert den Rückstand auf den Gehalt von Acetessigester und Produkt.

Um Ethanol und Aceton in der Reaktionslösung nachweisen zu können, wird wie oben eine Probe der Reaktionslösung entnommen, filtriert und dann direkt eingespritzt.



## GC-Bedingungen:

Säule: Zebron ZB-1, Länge 15 m, Innendurchmesser 0.25 mm, Filmdicke 0.25  $\mu\text{m}$ , (Phenomenex, Torrance, CA, USA)

Aufgabesystem: Injektortemperatur 250 °C; Splitinjektion; eingespritzte Menge 0.02  $\mu\text{L}$  (ohne Lsgm.)  
Eine Zersetzung der Verbindungen im Injektor konnte durch einen Testlauf mit einer Injektortemperatur von nur 150 °C ausgeschlossen werden.

Trärgas: He, Säulenvordruck 90 kPa

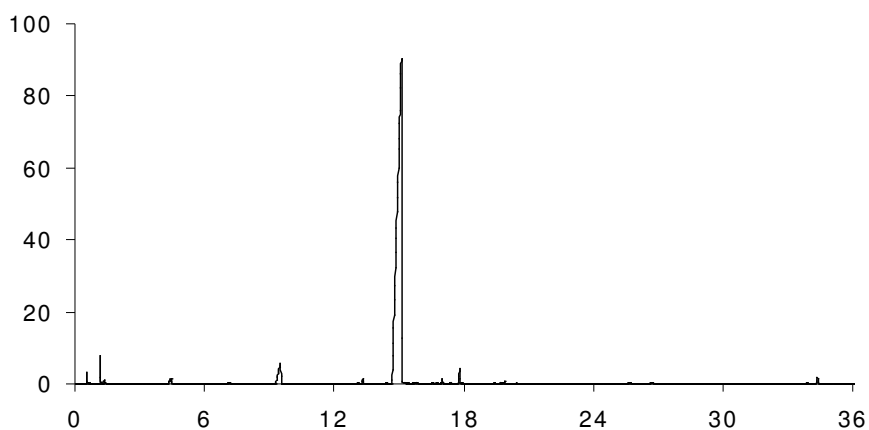
Ofentemperatur: Starttemperatur 30 °C (8 min), 10 °C/min auf 150 °C (10 min), 10 °C/min auf 200 °C (10 min). Die niedrige Ofentemperatur am Anfang ist notwendig, um Aceton und Ethanol eindeutig nachweisen zu können.

Detektor: FID, 250 °C, H<sub>2</sub> 33.9 mL/min; Synth Luft 322 mL/min; Make-up-Gas N<sub>2</sub>, Fluss 15.0 mL/min (59 kPa)

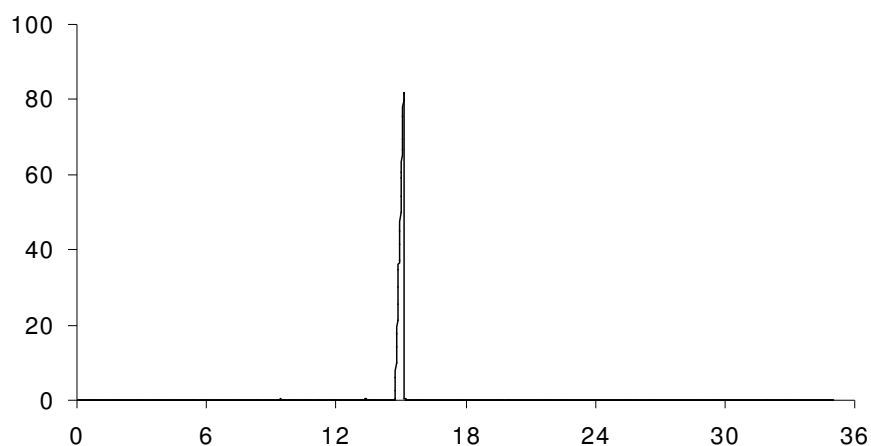
Integration: Integrator 4290 (Thermo Separation Products)

Der Prozentgehalt wurde jeweils aus den Peakflächenverhältnissen bestimmt.

## GC vom Rohprodukt

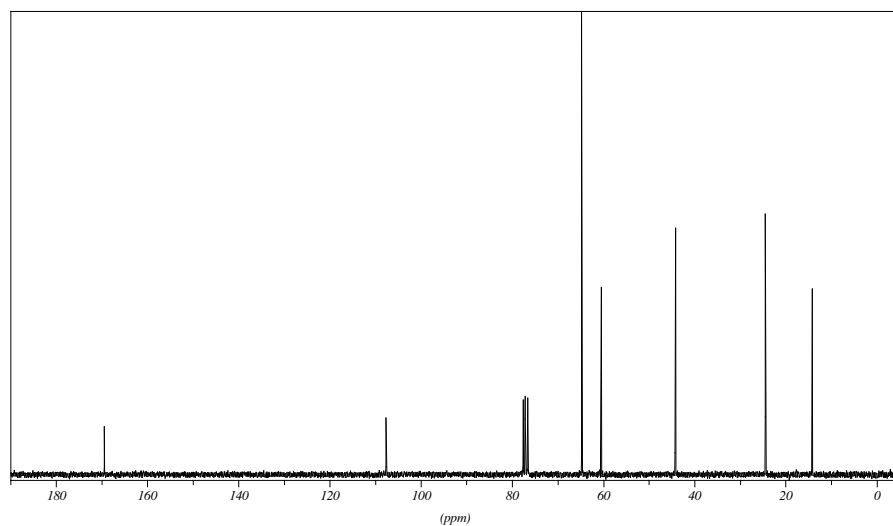


| Retentionszeit (min) | Verbindung          | Flächen-Prozent |
|----------------------|---------------------|-----------------|
| 0.5                  | Ethanol             | 0.4             |
| 0.6                  | Aceton              | 0.1             |
| 1.2                  | Cyclohexan          | 1.1             |
| 9.5                  | Acetessigester      | 3.2             |
| 15.1                 | Produkt             | 91.7            |
| sonstige             | nicht identifiziert | 3.5             |

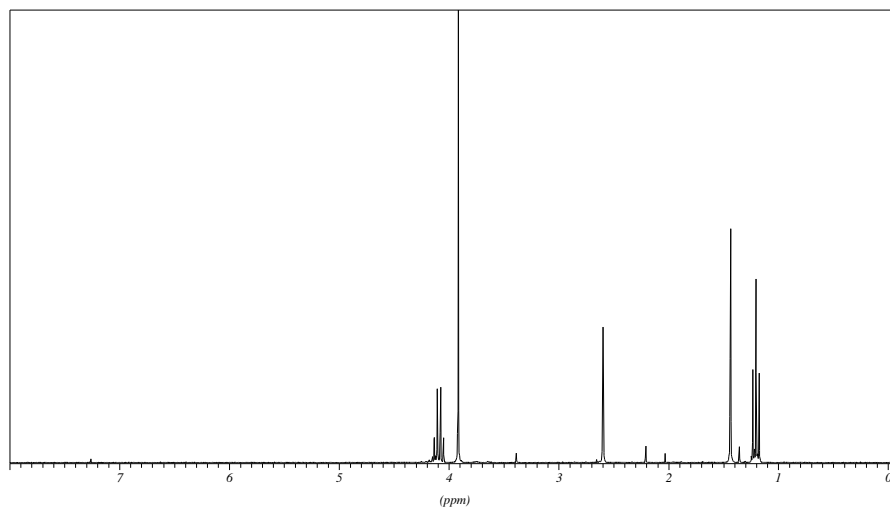
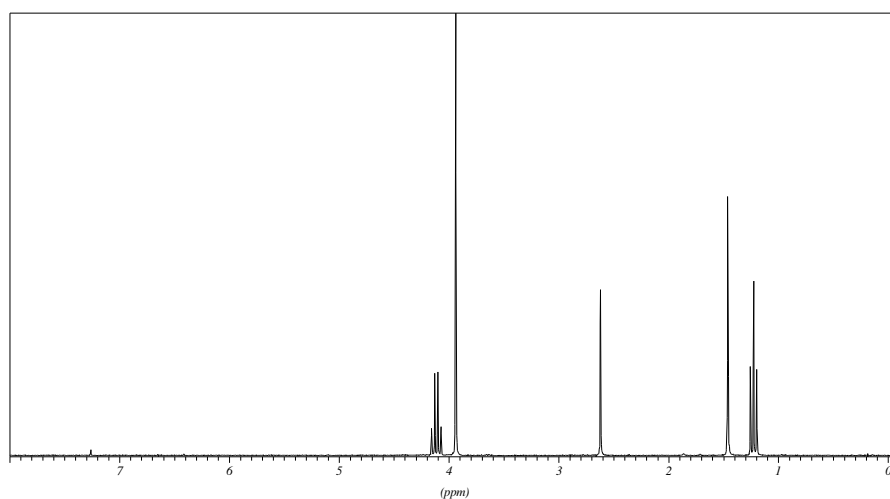
**GC vom Reinprodukt**

| Retentionszeit (min) | Verbindung | Flächen-Prozent |
|----------------------|------------|-----------------|
| 15.1                 | Produkt    | 99.6            |

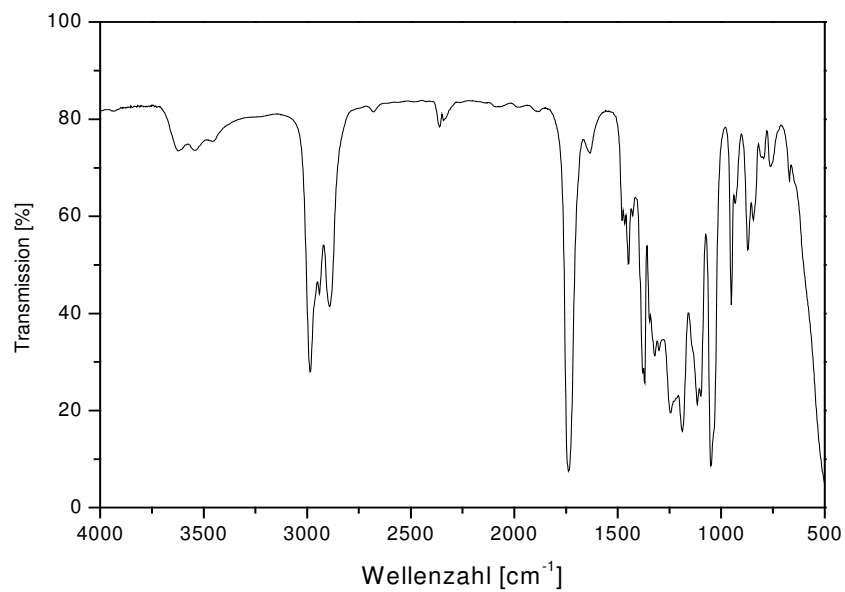
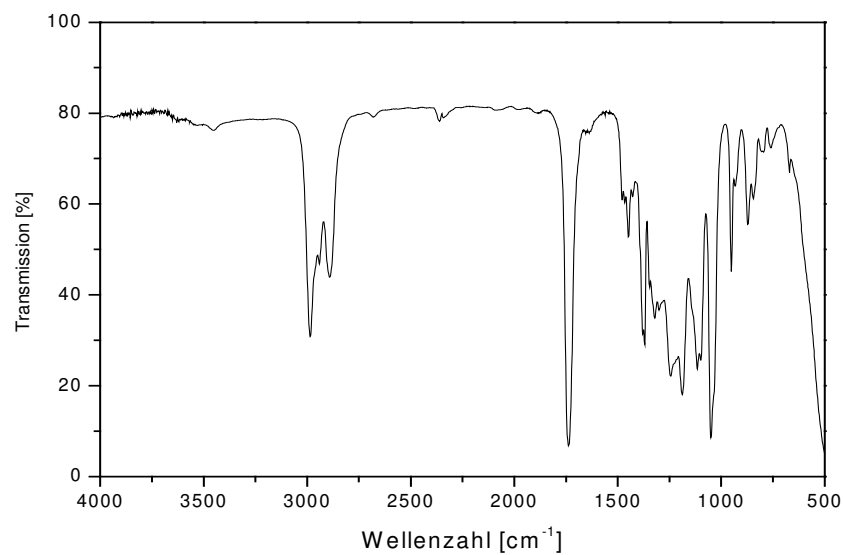
Das GC des Destillationsrückstands zeigt noch 41% Produkt neben unbekannten Substanzen mit höheren Retentionszeiten.

 **$^{13}\text{C}$  NMR-Spektrum vom Reinprodukt (250 MHz,  $\text{CDCl}_3$ )**

| $\delta$ (ppm) | Zuordnung                                 |
|----------------|-------------------------------------------|
| 14.1           | – $\text{CH}_2$ – $\text{CH}_3$           |
| 24.5           | $\text{CH}_3$ – C(Dioxolan)               |
| 44.2           | – $\text{CH}_2$ – CO –                    |
| 60.5           | – O – $\text{CH}_2$ – $\text{CH}_3$       |
| 64.7           | – O – $\text{CH}_2$ – $\text{CH}_2$ – O – |
| 107.6          | C (quart.) Dioxolanring                   |
| 169.4          | CO – O –                                  |
| 76.5-77.5      | Lsgm.                                     |

**$^1\text{H}$  NMR-Spektrum vom Rohprodukt (250 MHz,  $\text{CDCl}_3$ )** **$^1\text{H}$  NMR-Spektrum vom Reinprodukt (250 MHz,  $\text{CDCl}_3$ )**

| $\delta$ (ppm) | Multiplizität | Anzahl H | Zuordnung                                     |
|----------------|---------------|----------|-----------------------------------------------|
| 1.22           | t             | 3        | $-\text{CH}_2-\text{CH}_3$                    |
| 1.46           | s             | 3        | $\text{CH}_3-\text{C}(\text{Dioxolan})$       |
| 2.62           | s             | 2        | $-\text{CH}_2-\text{CO}-$                     |
| 3.93           | s             | 4        | $-\text{O}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O}-$ |
| 4.11           | q             | 2        | $-\text{O}-\text{CH}_2-\text{CH}_3$           |

**IR-Spektrum vom Rohprodukt (Film)****IR-Spektrum vom Reinprodukt (Film)**

| Wellenzahl (cm <sup>-1</sup> ) | Zuordnung             |
|--------------------------------|-----------------------|
| 2984                           | C – H – Valenz, Alkan |
| 2894                           | C – H – Valenz, Alkan |
| 1738                           | C = O – Valenz, Ester |