

Experimentieranleitung für die Oberstufe



Synthese eines Esters



Name:

Datum:

Willkommen im Merck-TU Darmstadt-Juniorlabor

Das Thema, mit dem wir uns heute beschäftigen heißt:

Synthese eines Esters

Inhaltsübersicht

<u>Allgemeine Laborregeln</u> : Sicheres Arbeiten im Labor	3
<u>Einleitung</u>	4
<u>Versuch 1</u> : Darstellung eines Esters aus Säure und Alkohol (Bsp.: Propansäurebutylester, Variante mit Wasserabscheider) 11	8
<u>Versuch 2</u> : Erzeugen eines Silberspiegels in einer Glas-Flasche	15

Allgemeine Laborregeln

Sicheres Arbeiten im Labor

1. Im Labor müssen Schutzbrille und Kittel getragen werden!
2. Im Labor darf weder gegessen noch getrunken werden!
3. Jeder Hautkontakt mit Chemikalien ist zu vermeiden!
4. Das Labor darf nur mit festem Schuhwerk und langer Beinkleidung betreten werden.
5. Lange Haare sollten zusammengebunden werden.
6. Jacken und Taschen dürfen nicht ins Labor mitgenommen werden!
7. Im Labor müssen alle Gefäße in denen Chemikalien sind beschriftet werden.
8. Lesen Sie vor jedem Experiment genau die Versuchsanleitung.
9. Fragen Sie bei Problemen die Betreuer*innen.
10. Lassen Sie den Versuchsaufbau stets von einem/r Betreuer*in kontrollieren!
11. Lesen Sie die Beschriftung von Chemikalien genau, bevor Sie sie verwenden.
12. Gehen Sie sorgfältig und sachgerecht mit allen Laborgeräten um!
13. Abfälle dürfen nicht ohne Erlaubnis in den Ausguss entsorgt werden. In der Regel stehen Kanister zur Entsorgung bereit. Achten Sie auf die Anweisungen zur Entsorgung von Chemikalienabfällen. Fragen Sie auch hier im Zweifel immer einen Betreuer.
14. Halten Sie die Laborräume sauber!
15. Wenn Sie beim Experimentieren mit Chemikalien in Kontakt gekommen sind, waschen Sie die Hautstelle sofort ab!
16. Chemikalien darf man nicht probieren.
17. Prüfen Sie den Geruch einer Chemikalie stets durch Zufächeln!
18. Waschen Sie sich beim Verlassen des Labors unbedingt die Hände!

Einleitung:

Funktionelle Gruppen

R-OH **Alkohole** (Endung -ol)

H₃C-CH₂-CH₂-OH Propanol

R-C(=O)H **Aldehyde** (Endung -al)

H₃C-H₂C-C(=O)H Propanal

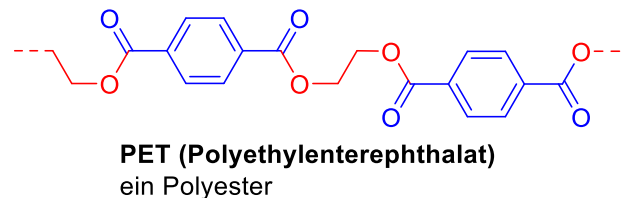
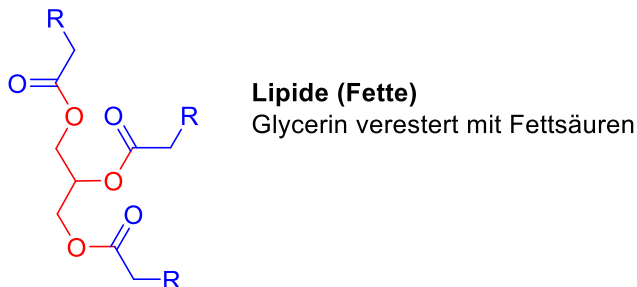
R-C(=O)OH **Carbonsäuren** (Endung -säure)

H₃C-H₂C-C(=O)OH Propansäure

Carbonsäureester

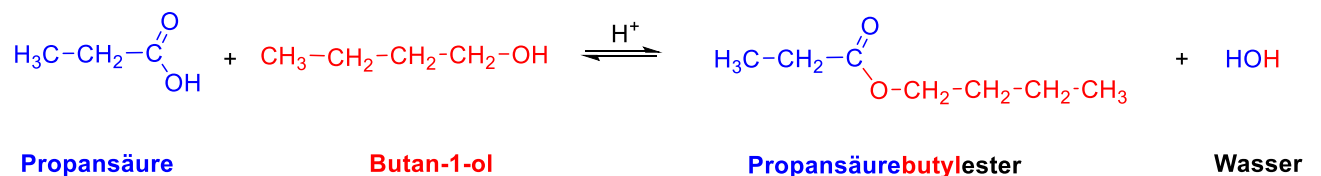
Carbonsäureester entstehen, wenn Carbonsäuren unter Wasserabspaltung (□ Kondensation) mit Alkoholen reagieren. Veresterungen sind wichtige Reaktionen in der organischen Chemie. Sie spielen sowohl bei technischen Prozessen (Polyester) als auch in biologischen Systemen eine große Rolle.

Einfache Carbonsäureester sind Bestandteile vieler Fruchtaromen.



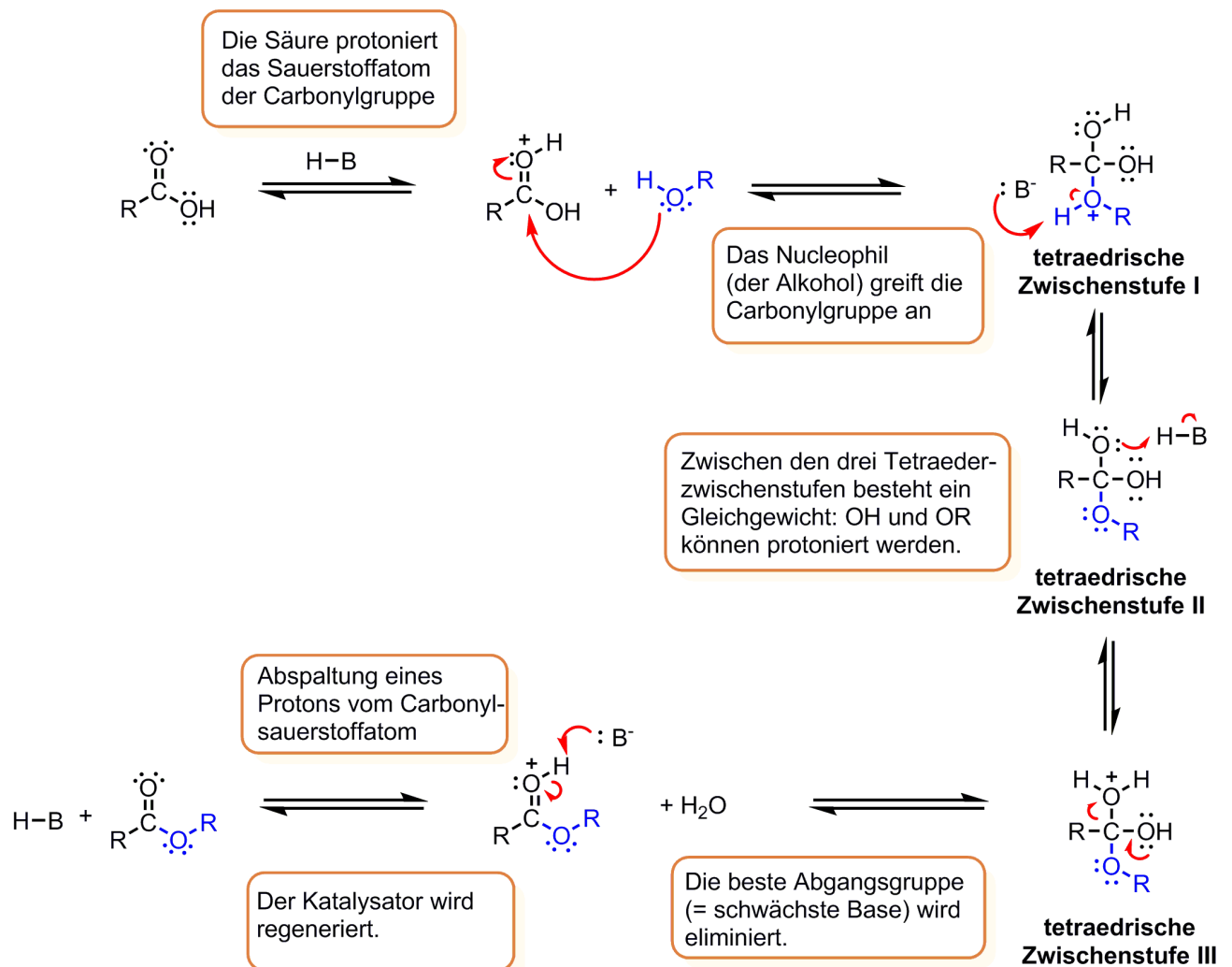
Reaktionsgleichung

Esterbildung am Beispiel des heutigen Experiments:



Als Katalysator setzen wir eine Säure (H⁺) ein (in diesem Experiment *para*-Toluolsulfonsäure).

Der Mechanismus der säurekatalysierten Veresterung



Was ist das Besondere an der Veresterung?




Die Veresterung ist eine sogenannte *Gleichgewichtsreaktion*. Die Produkte der Reaktion, der Carbonsäureester und das Wasser, können miteinander reagieren, wobei wieder Propansäure und Butan-1-ol entstehen. Der Stoffumsatz ist nur unvollständig, d. h. Propansäure und Butan-1-ol reagieren nicht vollständig zum Ester. Hin- und Rückreaktion laufen gleichzeitig ab. In der Reaktionsgleichung ist dies gekennzeichnet durch den Doppelpfeil (*Gleichgewichtspfeil*).

Wozu benutzen wir einen Wasserabscheider?







Wenn man erreichen will, dass die Reaktion möglichst vollständig abläuft und möglichst viel Ester gebildet wird, muss man das Gleichgewicht „überlisten“. Damit die Rückreaktion nicht stattfinden kann, muss man der Reaktionsmischung eines der Produkte – in unserem Fall das Wasser - entziehen. Das geschieht mithilfe eines sogenannten *Wasserabscheiders* (siehe Aufbau).

Zusätzlich muss man ein geeignetes Lösungsmittel wählen. Wir benutzen Cyclohexan, welches eine besondere Eigenschaft hat. Beim Sieden „schleppt“ es immer etwas von dem bei der Reaktion entstehenden Wasser mit. Der Dampf kondensiert im Rückflusskühler und die Flüssigkeit sammelt sich im Abscheiderrohr. Dort beobachtet man schließlich die Bildung von zwei Phasen. Das leichtere (weniger dichte) Cyclohexan schwimmt auf dem schwereren (dichteren) Wasser. Über den Überlauf läuft nur Cyclohexan zurück in den Kolben.

Synthese eines Esters

Gefahrenstoffe		
Name	H- und P-Sätze (Gefahren- und Sicherheitshinweise)	GHS-Symbol Signalwort
Butan-1-ol	<p>Gefahrenhinweise H226 Flüssigkeit und Dampf entzündbar H302 Gesundheitsschädlich bei Verschlucken H315 Verursacht Hautreizungen H318 Verursacht schwere Augenschäden H335 Kann die Atemwege reizen H336 Kann Schläfrigkeit und Benommenheit verursachen</p> <p>Sicherheitshinweise - Prävention P210 Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen sowie anderen Zündquellenarten fernhalten. Nicht rauchen. P260 Nebel/Dampf nicht einatmen. P280 Schutzhandschuhe/Augenschutz tragen.</p> <p>Sicherheitshinweise - Reaktion P302+P352 BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT: Mit viel Wasser und Seife waschen. P304+P340 BEI EINATMEN: Die Person an die frische Luft bringen und für ungehinderte Atmung sorgen. P305+P351+P338 BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.</p>	 <p>Gefahr!</p>
Propansäure	<p>Gefahrenhinweise H226 Flüssigkeit und Dampf entzündbar H314 Verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden H335 Kann die Atemwege reizen</p> <p>Sicherheitshinweise - Prävention P210 Von offener Flamme und heißen Oberflächen fernhalten. Nicht rauchen. P260 Nebel/Dampf nicht einatmen. P280 Schutzhandschuhe/Augenschutz/Gesichtsschutz tragen.</p> <p>Sicherheitshinweise - Reaktion P302+P352 BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT: Mit viel Wasser waschen. P305+P351+P338 BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen. P310 Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM/Arzt anrufen.</p>	 <p>Gefahr!</p>
4-Toluolsulfonsäure-Monohydrat	<p>Gefahrenhinweise H315 Verursacht Hautreizungen H319 Verursacht schwere Augenreizung H335 Kann die Atemwege reizen</p> <p>Sicherheitshinweise - Reaktion P302+P352 BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT: Mit viel Wasser waschen. P305+P351+P338 BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.</p>	 <p>Achtung!</p>

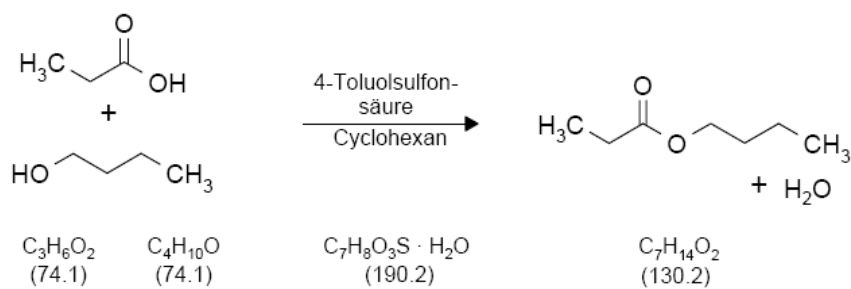
Synthese eines Esters

Cyclohexan	<p>Gefahrenhinweise H225 Flüssigkeit und Dampf leicht entzündbar H304 Kann bei Verschlucken und Eindringen in die Atemwege tödlich sein H315 Verursacht Hautreizungen H336 Kann Schläfrigkeit und Benommenheit verursachen H410 Sehr giftig für Wasserorganismen mit langfristiger Wirkung</p> <p>Sicherheitshinweise Sicherheitshinweise - Prävention P210 Von Hitze, Funken, offener Flamme, heißen Oberflächen fernhalten. Nicht rauchen. P273 Freisetzung in die Umwelt vermeiden.</p> <p>Sicherheitshinweise - Reaktion P301+P330+P331 BEI VERSCHLUCKEN: Mund ausspülen. KEIN Erbrechen herbeiführen. P302+P352 BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT: Mit viel Wasser und Seife waschen.</p>	 <p>Gefahr!</p>		
Schutzmaßnahmen				
				
Schutzbrille	Schutzhandschuhe	Belüftung	Abzug	Brandschutz

Versuch 1:

Synthese von Propansäure-1-butylester unter Verwendung eines Wasserabscheiders

Reaktionsgleichung



Chemikalien

- **Propansäure** (Sdp. 141 °C) 17,8 g (18,0 mL, 240 mmol)
- **Butan-1-ol** (Sdp. 118°C) 14.8 g (18.2 mL, 200 mmol)
- **4-Toluolsulfonsäure-Monohydrat** (Sdp. 140°C) 1 g (5 mmol)
- **Cyclohexan** (Sdp. 81 °C) ca. 250 ml

Vorüberlegungen:

- 1) Wie viel Ester würde entstehen, wenn die Veresterung keine Gleichgewichtsreaktion wäre?
- 2) Wie viel Wasser kann sich maximal abscheiden?

Wir setzen Propansäure im Überschuss (240 mmol) ein. Die Maximalausbeute an Carbonsäureester ist durch die Unterschusskomponente 1-Butanol begrenzt. Da wir nur 200 mmol vom Alkohol einsetzen, können also auch nur maximal 200 mmol Ester entstehen. Gleichzeitig entstehen auch $n = 200$ mmol Wasser (n : Stoffmenge).

1) Theoretische Ausbeute Ester

Die molare Masse des Esters ist $M_{\text{Ester}} = 130,3 \text{ g/mol} = 130,3 \text{ mg/mmol}$

Die maximal entstehende Stoffmenge beträgt $n = 200$ mmol

$$m_{\text{Ester}} = n_{\text{Ester}} \cdot M_{\text{Ester}} = 200 \text{ mmol} \cdot 130,3 \text{ mg/mmol} = 26040 \text{ mg} = 26,04 \text{ g}$$

Es können maximal 26,04 g Ester entstehen.

2) Theoretische Ausbeute Wasser

Die molare Masse von Wasser ist $M_{\text{Wasser}} = 18,0 \text{ g/mol}$ (oder $18,0 \text{ mg/mmol}$)

$$\begin{aligned} m_{\text{Wasser}} &= M_{\text{Wasser}} \cdot n_{\text{Wasser}} \\ &= 18,0 \text{ mg/mmol} \cdot 200 \text{ mmol} \\ &= 3600 \text{ mg oder } 3,6 \text{ g} \end{aligned}$$

Es entstehen also 3,6 g Wasser. Um das Gewicht in das Volumen umzurechnen, benötigt man die Dichte von Wasser. 1 mL Wasser wiegt 1 g, d.

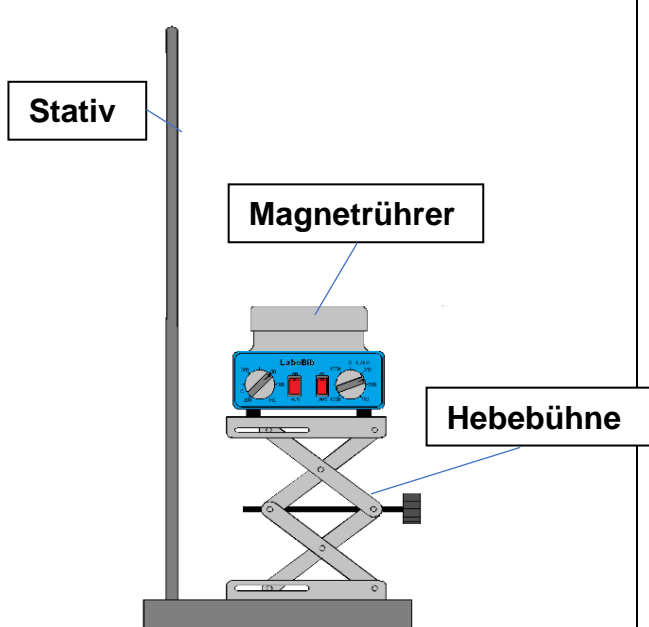
$$h. \ d_{\text{Wasser}} = 1,0 \text{ g/mL.}$$

$$V_{\text{Wasser}} = \frac{m_{\text{Wasser}}}{d_{\text{Wasser}}} = \frac{3,6 \text{ g}}{1,0 \text{ g/mL}} = 3,6 \text{ mL}$$

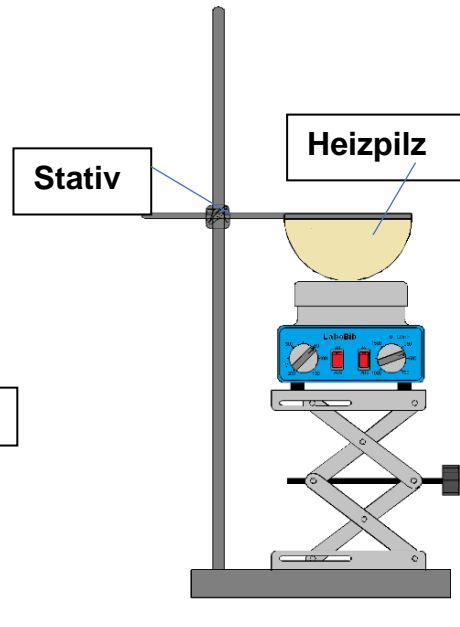
Bei der Reaktion entstehen 3,6 mL Wasser.

Versuchsdurchführung

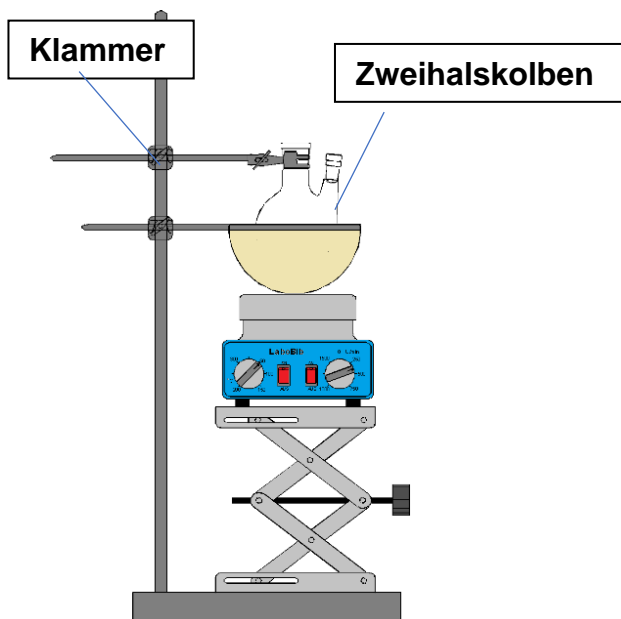
1) Stellen Sie auf die Grundplatte eines Stativs eine teilweise ausgefahrne Hebebühne, und platzieren Sie darauf einen Magnetrührer.



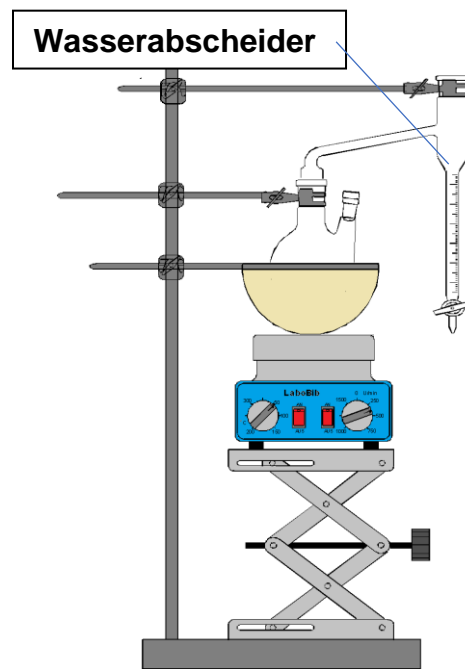
2) Bringen Sie über dem Magnetrührer mithilfe einer Muffe einen Heizpilz an.



3) Befestigen Sie als nächstes einen 500 mL-Zweihalskolben mit Muffe und Klammer am Stativ. Bestücken Sie den Kolben (über den weiten Hals) mit einem **Magnetrührkern** in elliptischer Form. Verschließen Sie den Seitenarm des Kolbens mit einem passenden Glasstopfen.

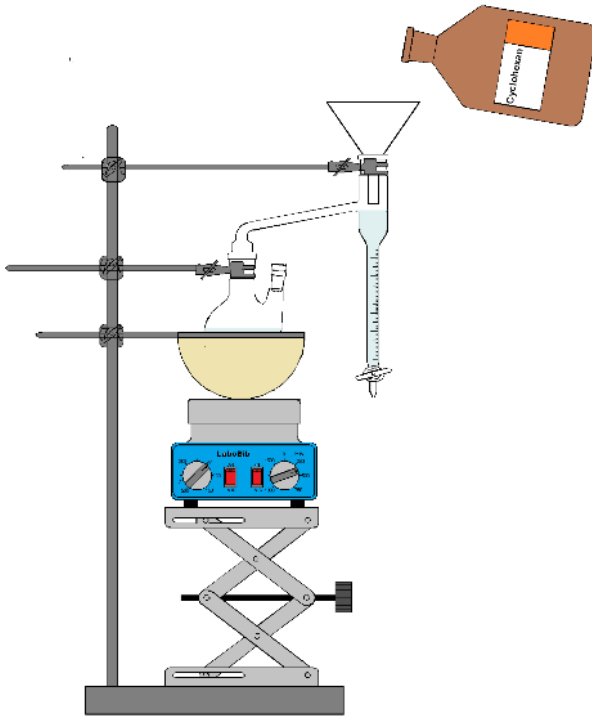


4) Stecken Sie den Wasserabscheider in den Zweihalskolben und befestigen ihn ebenfalls mit Muffe und Klammer am Stativ.

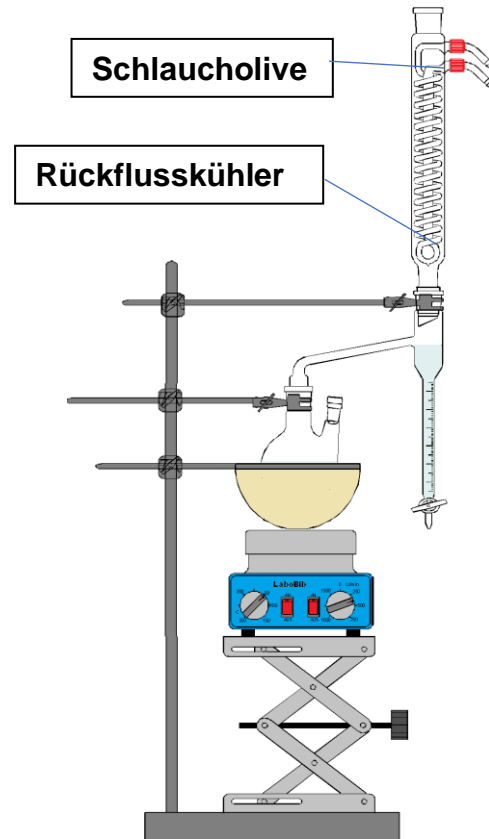


Synthese eines Esters

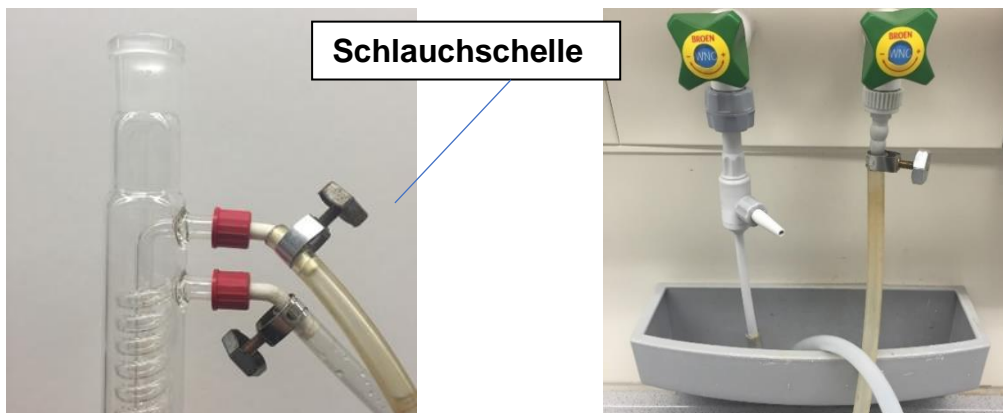
- 5) Geben Sie das Cyclohexan mithilfe eines Trichters über den Wasserabscheider zu. Dabei füllen Sie den Wasserabscheider vollständig und den Zweihalskolben etwa zur Hälfte (ca. 250 mL).



- 6) Setzen Sie einen Rückflusskühler auf den Wasserabscheider und schrauben Sie Schlaucholiven daran fest.



- 7) Fixieren Sie mithilfe von Schlauchschellen die Schläuche auf den Schlaucholiven. Befestigen Sie nun den unteren Schlauch (Glasspirale) mit einer weiteren Schlauchschelle am Wasserhahn, den oberen Schlauch (Steigrohr) beschweren Sie mit eine Muffe und legen ihn in das Waschbecken. Prüfen Sie die Kühlung nun zuerst auf Dichtigkeit.



Synthese eines Esters

8) Nach fertigem Aufbau geben Sie mithilfe eines Pulvertrichters über den dünnen Hals folgende Chemikalien zu:

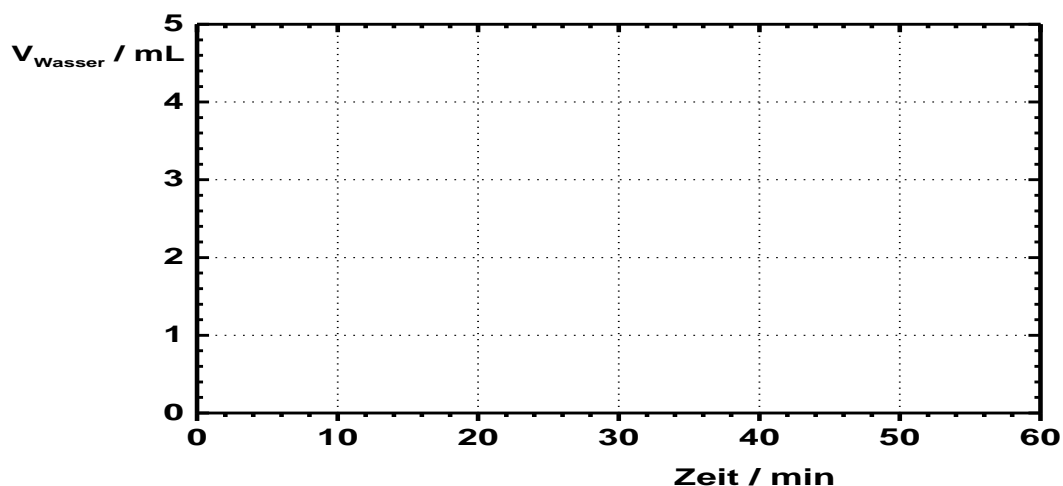
- **18,0 mL** (17,8 g, 240 mmol) **Propansäure** (mit der Eppendorfpipette),
- **18,2 mL** (14,8 g, 200 mmol) **1-Butanol** (mit der Eppendorfpipette) und
- **1,0 g** (5 mmol) **4-Toluolsulfonsäure-Monohydrat**

9) Verschließen Sie den Seitenhals des Rundkolbens mit dem Glasstopfen, stellen Sie das Kühlwasser an und erhitzen Sie unter Rühren so lange am Wasserabscheider unter Rückfluss, bis sich kein Wasser mehr abscheidet. Hierzu schalten Sie den Heizpilz auf Stufe 3 ein.

10) Notieren Sie alle 60 Sekunden die abgeschiedene Menge Wasser als Funktion der Zeit. Die Zeit beginnt, wenn der Lösemitteldampf am Rückflusskühler angelangt ist.

Reaktionskontrolle durch die während der Reaktion abgeschiedene Wassermenge

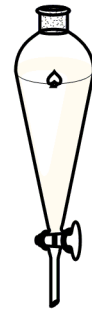
Die abgeschiedene Wassermenge wird in Abhängigkeit von der Zeit in einem Diagramm dargestellt. Als Zeitpunkt „0“ Minuten nimmt man das Einsetzen des Rückflusskochens. Die Reaktionszeit variiert je nach Destillationsgeschwindigkeit.



Wir arbeiten nur mit der Reaktionslösung im Kolben weiter. Die Flüssigkeiten aus dem Wasserabscheider werden im Kanister für Lösungsmittelabfall entsorgt.

Aufarbeitung

- 1) Schütteln Sie die Reaktionslösung nach dem Erkalten in einem 500 mL Scheidetrichter **nacheinander** aus.
- einmal mit 50 mL Wasser,
 - zweimal mit je 50 mL gesättigter Natriumhydrogencarbonat-Lösung¹ (Gasentwicklung!)
 - und einmal mit 20 mL gesättigter Natriumchlorid-Lösung



Scheidetrichter

Für diese Schritte sollten Sie Handschuhe anziehen!

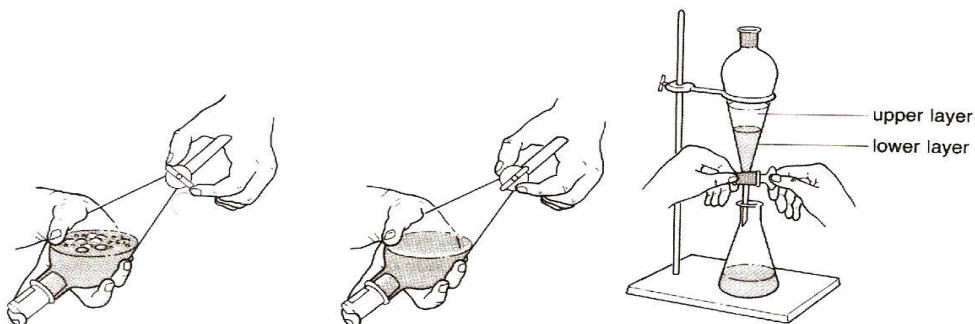
Schütteln Sie die verschiedenen Lösungen **nacheinander** mit der Reaktionslösung im Scheidetrichter.

Beim Schütteln müssen Sie den Stopfen gut festhalten.

Zusätzlich sollten sie den Scheidetrichter gelegentlich kurz belüften. **Vorsicht Gasentwicklung!** Arbeiten Sie unter dem Abzug. Halten Sie den Stopfen gut fest, drehen sie den Scheidetrichter mit dem Glasrohr nach oben und öffnen Sie den Hahn kurz.

Setzen Sie den Scheidetrichter dann in einen Stativring, warten Sie die Phasentrennung ab und lassen Sie schließlich die (untere) wässrige Phase in ein Becherglas ablaufen (den Stopfen vorher abnehmen – Druckausgleich). Wiederholen Sie den Vorgang mit allen oben angegebenen Lösungen.

Die wässrigen Phasen können verworfen werden (Zum Entsorgen steht der Lösungsmittelabfallkanister bereit, es enthält noch Reste von Lösungsmitteln.)



¹ Bei der Aufarbeitung der Reaktionslösung muss gründlich mit Natriumhydrogencarbonat-Lösung geschüttelt werden, um den Überschuss an Propionsäure vollständig zu entfernen. Ester und Säure haben praktisch den gleichen Siedepunkt, sind also bei der Destillation nicht trennbar.

Synthese eines Esters

Lassen Sie die organische Phase aus dem Scheidetrichter in ein Becherglas ab und trocknen Sie über Natriumsulfat. Dafür geben Sie ca. 2 Löffel Natriumsulfat in die Lösung und rühren oder schwenken die Lösung.

Wenn das Natriumsulfat am Boden klebt oder noch zwei Phasen zu sehen sind, wurde zu wenig Natriumsulfat verwendet (Es muss beim Rühren frei schweben wie Schnee in einer Schneekugel). In diesem Fall dosieren Sie nach.

- 2) Wiegen Sie einen leeren 500 mL Rundkolben und notieren Sie sich das Gewicht. Filtrieren Sie anschließend die Lösung über einen Faltenfilter in diesen Rundkolben.



- 3) Destillieren Sie das Lösungsmittel am Rotationsverdampfer ab. Hierbei hilft das Labor Team. Im Rundkolben bleibt das Rohprodukt als farblose Flüssigkeit zurück.



Entsorgung:

Alle Flüssigkeiten werden in den Lösungsmittelabfallkanister entsorgt.

Feststoffe und Filterpapier werden in den Feststoffabfall entsorgt.

Bestimme die Masse des Produktes und die Ausbeute:

Produkt.....

Ausbeute.....

Versuch 2:


Erzeugen eines Silberspiegels in einer Glas-Flasche

Hinweis: Bei dem Versuch wird Silbernitrat benötigt. Silbernitrat hinterlässt schwarze Flecken auf Haut und Textilien und die gehen nicht so einfach wieder weg! (auf der Haut in 2-3 Tagen; auf den Textilien nie! Zur Entfernung von Silberflecken auf säurefesten Oberflächen kann unter Einhaltung der Sicherheitsbestimmungen konz. Salpetersäure zum Einsatz kommen.)






Chemikalien:


Die Lösungen **A**, **B** und **C** sowie konzentriertes **Ammoniak** stehen bereit:

- Lösung A:** 50 g Silbernitrat in 2 Liter Wasser lösen (möglichst in einer braunen Schliffflasche im Dunkeln aufbewahren).
- Lösung B:** 90 g Kaliumhydroxid in 2 Liter Wasser lösen (Aufbewahrung in einer Flasche mit Gummistopfen oder Schraubdeckel).
- Lösung C:** die sog. „Aktivierungslösung“ wird aus zwei Teillösungen hergestellt, welche man jede für sich ansetzt und später zusammengibt!
- 80 g Traubenzucker (Glucose) in 800 ml Wasser lösen
 - 100 ml 96%igen Ethanol und 3,5 ml konzentrierte Salpetersäure (D=1,42 g/ml) Lösung C sollte vor Gebrauch mindestens einen Tag alt sein.

Gefahrstoffe		
Name	H- und P-Sätze	GHS-Symbol
Ammoniak (25%)	<p>H290: Kann gegenüber Metallen korrosiv sein.</p> <p>H314: Verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden.</p> <p>P280: Schutzhandschuhe/ Schutzkleidung/ Augenschutz/Gesichtsschutztragen</p> <p>H335 Kann die Atemwege reizen.</p> <p>H400 Sehr giftig für Wasserorganismen.</p> <p>P260: Dampf/Aerosol/Nebel nicht einatmen.</p> <p>P273: Freisetzung in die Umwelt vermeiden.</p> <p>P280: Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/ Augenschutz tragen.</p> <p>P301+P330+P331: BEI VERSCHLUCKEN: Mund ausspülen. KEIN Erbrechen herbeiführen.</p> <p>P303+P361+P353: BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT (oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen oder duschen.</p> <p>P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.</p>	 <p>(Gefahr)</p>

Synthese eines Esters

<p>Silbernitrat (25g/L)</p>	<p>H272: Kann Brand verstärken; Oxidationsmittel. H290: Kann gegenüber Metallen korrosiv sein. H314: Verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden. H410: Sehr giftig für Wasserorganismen mit langfristiger Wirkung. P210: Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen sowie anderen Zündquellen fernhalten. Nicht rauchen. P220: Von Kleidung und anderen brennbaren Materialien fernhalten. P260: Staub/Rauch/Gas/Nebel/Dampf/Aerosol nicht einatmen. P280: Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/ Augenschutz/ Gesichtsschutz tragen. P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen. P370+P378: Bei Brand: Löschpulver oder Trockensand zum Löschen verwenden. P308+P310: BEI Exposition oder falls betroffen: Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.</p>	 (Achtung)
<p>Kaliumhydroxid-Lösung (45 g/L)</p>	<p>H290: Kann gegenüber Metallen korrosiv sein. H314: Verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden. P280: Schutzhandschuhe/ Schutzkleidung/ Augenschutz/Gesichtsschutz tragen. P301+P330+P331: BEI VERSCHLUCKEN: Mund ausspülen. KEIN Erbrechen herbeiführen. P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen. P308+P310: BEI Exposition oder falls betroffen: Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.</p>	 (Gefahr)
Schutzmaßnahmen		
 Schutzbrille	 Schutzhandschuhe	 Brandschutz

	<p><u>Entsorgung:</u></p> <p>Alle Flüssigkeiten vom Versilbern sowie das Spülwasser (2x) werden in dem Ag-Abfallkanister entsorgt.</p> <p>Feststoffe und Saugpapier werden in den Feststoffabfall entsorgt.</p>
---	--

Synthese eines Esters

Geräte:

300 ml Erlenmeyerkolben, Rührstäbchen, kleiner Magnetrührer, Glas-Flaschen (0,2 Liter), Pasteur-Pipette, 5 ml Eppendorfpipette; Gummistopfen, Handschuhe

Anleitung: (für 4 Flaschen):

- 1 Reinigen Sie zuerst die Flasche gut und spülen Sie sie mit destilliertem Wasser aus.
- 2 Legen Sie in einem 300ml-Erlenmeyerkolben **60 ml von Lösung A** (AgNO_3) vor.
(Verwenden Sie zum Abmessen den großen Messzylinder).
- 3 Rühren Sie auf dem Magnetrührer und geben Sie mit der Pasteur-Pipette tropfenweise konzentriertes **Ammoniak** zu, bis der zunächst gebildete Niederschlag gerade wieder völlig verschwindet.
- 4 Geben Sie nun unter Rühren **30 mL von Lösung B** (KOH) zu. (Verwenden Sie den kleinen Messzylinder). Dies ergibt eine dunkelbraune, fast schwarze Fällung.
- 5 Nun geben Sie wieder so viel konzentrierten Ammoniak zu (Pasteur-Pipette), bis der Niederschlag gerade eben verschwindet. Eine geringe Überdosierung von Ammoniak verzögert nur das Entstehen des Silberspiegels, ist aber nicht schädlich. Die so erhaltene Lösung kann sofort verwendet werden, kann aber auch bis zu einer Stunde stehen.
- 6 Füllen Sie von dieser Lösung je 20 mL (4 x 5 ml verwenden Sie hierfür die Lila Eppendorf-Pipette) in die Flaschen.

Diese Lösung darf nicht aufgehoben werden! (Es setzt sich sonst ein explosiver Niederschlag von so genanntem **Knallsilber** ab, sehen Sie weiter unten).

Verspiegeln:

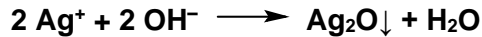
- 7 Halten Sie einen Gummistopfen bereit, um die Flasche verschließen zu können. Geben Sie nun in die Flasche **2 ml der Lösung C** (Traubenzucker bzw. Glucose) zu. Benutzen Sie dazu wieder die 5 mL lila Eppendorf-Pipette mit einer neuen Spitze.
- 8 **Ziehen Sie Handschuhe an!** Verschließen Sie die Flasche schnell mit einem Gummistopfen. Greifen Sie die Flasche sicher mit der Hand und **halten Sie den Gummistopfen immer mit einem Finger fest**. Halten Sie die Flasche waagrecht, **die Öffnung zeigt in Richtung Labortisch**. Schütteln Sie die Flasche und drehen Sie sie ständig in der Hand, damit die Flüssigkeit alle Stellen der Flascheninnenseite gut benetzt. Der Fällungsvorgang beginnt sofort! Dauer ca. 5 Minuten, je nach Gegebenheiten (Temperatur, Ammoniakmenge).
- 9 Sammeln Sie den Rest des Flascheninhalts im Ag-Abfall und spülen Sie nach dem Ausfällen die Flasche mit destilliertem Wasser. Geben Sie auch das Spülwasser von den ersten beiden Spülgängen in den Ag-Abfallbehälter.

Hintergrund:

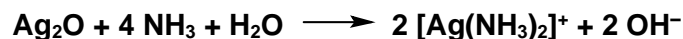
Silbernitrat zerfällt in wässriger Lösung vollständig in seine Ionen.



Ammoniak-Lösung reagiert alkalisch, so dass die Silberionen mit den Hydroxidionen Silberoxid bilden, was schwer löslich ist und als dunkler Niederschlag ausfällt.

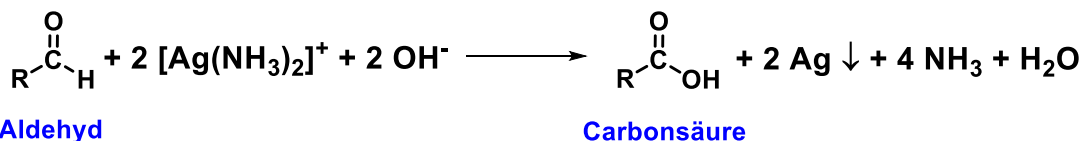


Dieser Niederschlag kann dann mit weiterer Ammoniak-Lösung in einen Silberdiammin-Komplex überführt werden, der wiederum in Lösung geht.



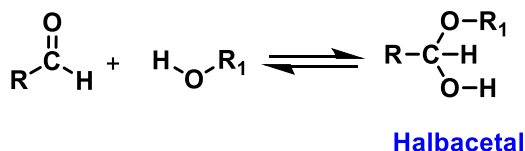
Die zugegebene Glucose reduziert anschließend die Ionen zu metallischem Silber, das sich an der Innenwand des Glasgefäßes absetzen kann. Die Glucose selbst wird zur Gluconsäure oxidiert. Diese hergestellte Mischung aus Ammoniak-Lösung, Kaliumhydroxid und Silbernitrat wird auch als **Tollens-Reagenz** bezeichnet. Es dient allgemein dazu, reduzierend wirkende Aldehyde zur entsprechenden Carbonsäure zu oxidieren und damit indirekt mit dem Silberspiegel nachzuweisen.

Allgemeine Gesamtreaktion:

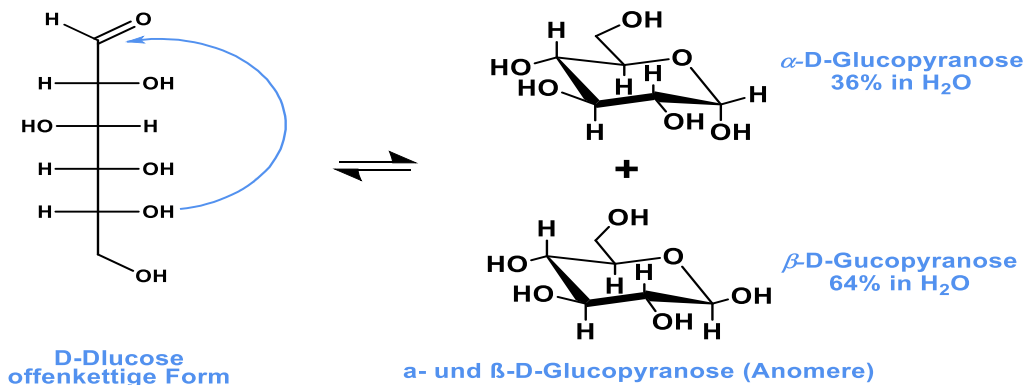


Mechanismus der Oxidation:

Ein Halbacetal entsteht durch die Reaktion eines Aldehyds mit einem Alkohol.



Traubenzucker liegt in wässriger Lösung zu über 99 % als cyclisches Halbacetal vor

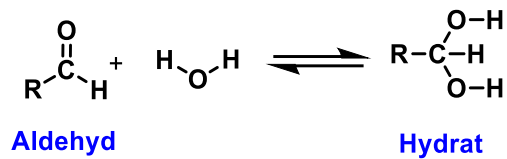


In Gegenwart einer Säure wird

- 1.) das Gleichgewicht zum cyclischen Halbacetal nach links verschoben und
- 2.) die Geschwindigkeit der Gleichgewichtseinstellung erhöht (H⁺-Katalyse).

Synthese eines Esters

In wässriger Lösung ist ein weiteres Gleichgewicht zu beachten:



Die Redoxreaktion mit den Silberionen ist am wahrscheinlichsten zwischen dem Hydrat R-CH(OH)_2 und Ag^+ . Das Silberion bildet mit dem R-CH(OH)_2 einen Komplex, in dem das Elektron auf das Silberion übertragen wird.

Warum scheidet sich das Silber an der Wand ab? Warum fällt es nicht wie jeder andere Niederschlag auf den Boden des Glases?

Das Glas besteht aus Silikaten. In den Silikaten sind die Siliciumatome über Sauerstoff-Brücken miteinander verbunden. Die Siliciumatome, die an der Oberfläche des Glases liegen sind mit OH-Gruppen abgesättigt. Diese OH-Gruppen sind in der Lage, Silberionen an sich zu binden. D.h. die Oberfläche ist „unsichtbar“ mit Ag^+ -Ionen bedeckt.

Der Traubenzucker (das Hydrat des Aldehyds, R-CH(OH)_2), koordiniert von der anderen Seite an das an der Oberfläche sitzende Ag^+ -Ion und überträgt das Elektron. Dadurch wird das Silberion an der Oberfläche zu metallischem Silber reduziert. Das Silber bleibt dann da, wo es ist, nämlich an der Oberfläche.

Die weiteren Atome wachsen dann an der Oberfläche weiter, bis eine dichte, metallisch glänzende Schicht entstanden ist.

