

Organisch-chemisches Grundpraktikum WS 2008/2009
Muster zur Führung des Laborjournals

Darstellung von 2-Acetyl-hexansäureethylester

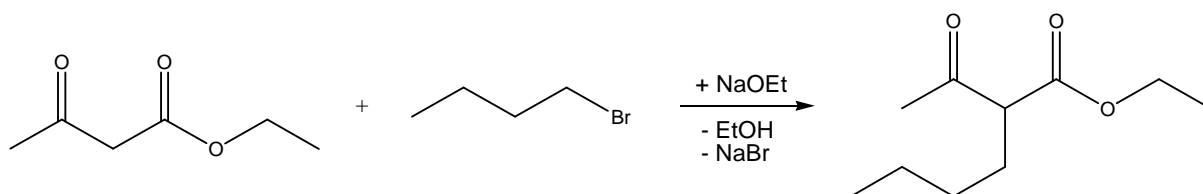
(Alkylierung von β -Dicarbonylverbindungen)

Datum der Versuchsdurchführung: 04.07.2008

Literatur: *Organikum*, 21. Auflage, 608-609

Ansatzgröße: 0.100 mol Acetessigsäureethylester

Ansatzberechnung:



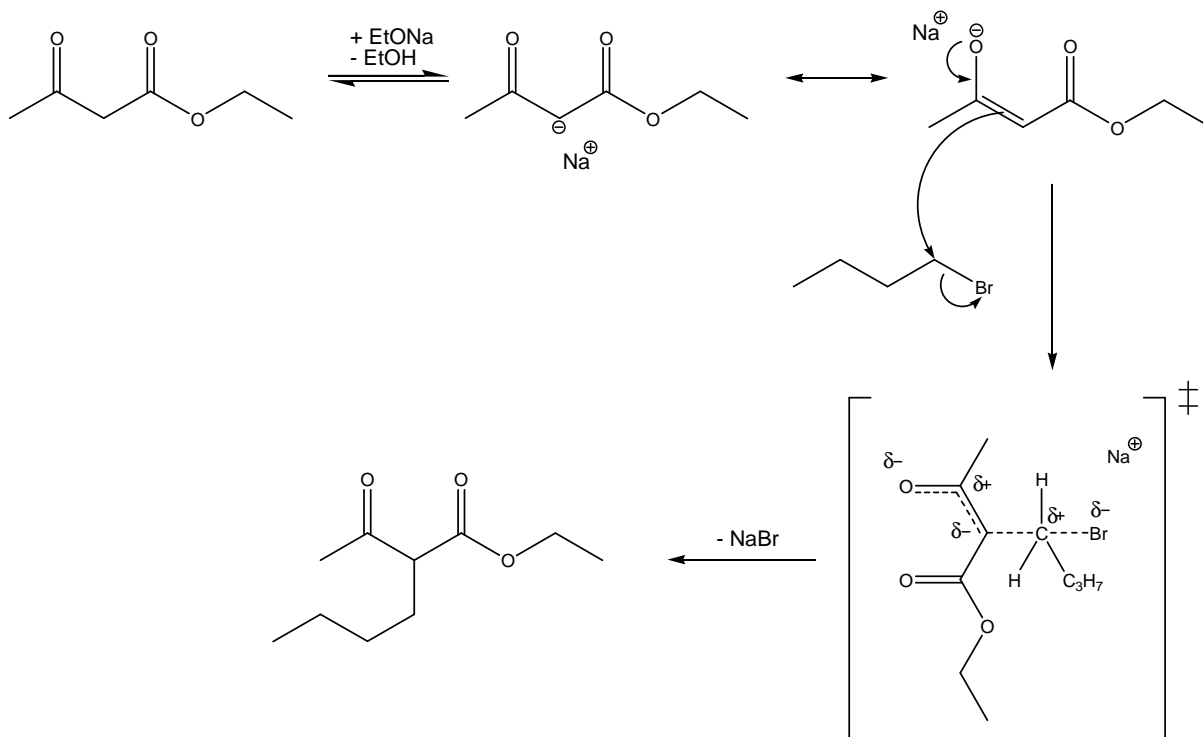
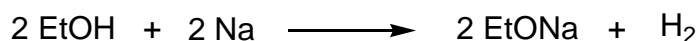
Acetessigsäureethylester
n = 0.100 mol
M = 130.14 g/mol
m = 13.0 g

1-Brombutan
n = 0.106 mol
M = 137.03 g/mol
m = 14.5 g

Natrium
n = 0.100 mol
M = 22.99 g/mol
m = 2.3 g

2-Acetylhexansäureethylester
n = 0.100 mol
M = 186.25 g/mol
m = 18.6 g

1. Reaktionsmechanismus:



Organisch-chemisches Grundpraktikum WS 2008/2009
Muster zur Führung des Laborjournals

- Darstellung des Natriumsalzes von Ethanol → starke Base
- Deprotonierung des aciden Protons in α -Stellung zu den beiden Carbonylgruppen → Enolat
- S_N2 -Substitution des primären Alkylbromids durch das Enolat

2. Durchführung/Beobachtungen:

- Reaktionsapparatur: 100-mL-Zweihalskolben mit Rückflusskühler, Tropftrichter und Magnetrührstäbchen
- unter Rühren zutropfen von 50 mL abs. Ethanol zu 2.3 g (0.100 mol) Natrium
- Bildung einer Suspension unter Wärmeentwicklung
- mit Hilfe eines Tropftrichters zutropfen von 13.0 g (0.100 mol) Acetessigsäureethylester, dann 14.5 g (0.105 mol) *n*-Butylbromid (frisch destilliert)
- !!! Eintropfgeschwindigkeit so wählen, dass die Reaktionsmischung mäßig siedet
- 20 h unter Rückfluss erhitzen bis der pH-Wert bei ca. 8 stagniert

Aufarbeitung:

- Lösungsmittel am Rotationsverdampfer bis 150 mbar entfernen
- gelbes Rohprodukt
- NaBr-Niederschlag mit 30 mL Eiswasser auswaschen
- wässrige Phase zweimal mit jeweils 100 mL Diethylether extrahieren
- vereinigte org. Phasen über Magnesiumsulfat trocknen
- Trockenmittel über eine G3-Fritte absaugen
- Lösungsmittel am Rotationsverdampfer bis 20 mbar entfernen
- Reinigung durch Vakuumdestillation (eine Fraktion bei 115 °C und 20 mbar)
- 2-Acetyl-hexansäureethylester als farblose Flüssigkeit, ananasartig riechend

3. Produktdaten:

- Siedepunkt: 115 °C / 20 mbar (Literatur: 116 °C / 21 mbar)
- Brechungsindex: $n_D^{20} = 1.4295$ (Literatur: $n_D^{20} = 1.4246$)



Organisch-chemisches Grundpraktikum WS 2008/2009
Muster zur Führung des Laborjournals

4. Ausbeuteberechnung:

$m(\text{Produkt}) = 9.55 \text{ g (0.051 mol)} \rightarrow 51 \% \text{ Ausbeute (Literatur: 65 \%)} \rightarrow \underline{78 \% \text{ der Literatúrausbeute}}$

5. Diskussion:

Aufgrund wiederholten Stoßens beim Abrotieren des Ethanols aus der Reaktionsmischung sind Ausbeuteverluste eingetreten. Demzufolge sollte beim nächsten Mal der Druck am Rotationsverdampfer langsamer verringert werden.