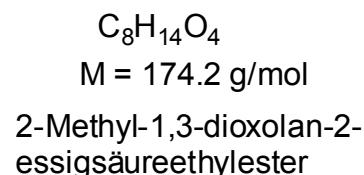
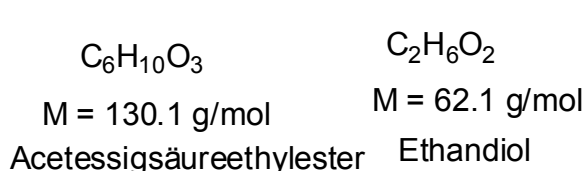
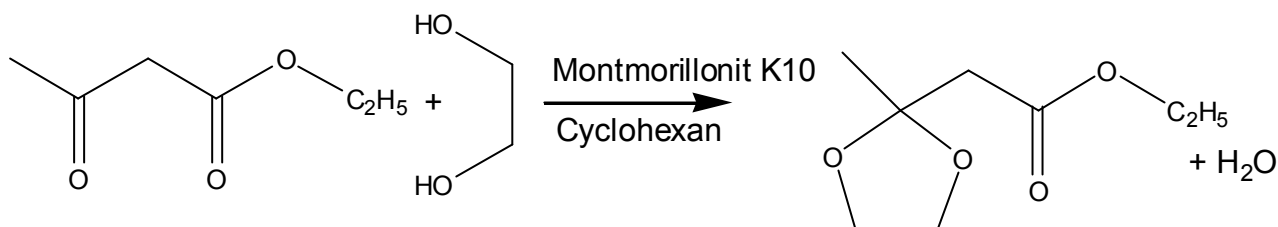


Darstellung von 2-Methyl-1,3-dioxolan-2-essigsäureethylester
Präparat 4

1. **Reaktionstyp:** Säurekatalysierte Acetalisierung
2. **Reaktionsgleichung:**



3. **Durchführung der Reaktion:**

3.1 **Berechnung des Ansatzes:**

Der Ansatz wurde so berechnet, dass die Ausbeute 10 g beträgt. Die Literaturausbeute^[1] ist mit 66 % angegeben.

	Ethandiol	Acetessig- säureethylester	Cyclohexan	Montmorillonit K10
Literatur ^[1]	15.1 g (240 mmol)	26 g (200 mmol)	220 ml	12 g
eigener Ansatz	6.57 g (105.8 mmol)	11.3 g (86.9 mmol)	96 ml	5.22 g

3.2 **Durchführung:**

In einen 500 ml Dreihalsrundkolben mit Wasserabscheider, KPG-Rührer und Rückflusskühler wurden 96 ml Cyclohexan, 11.3 g (86.9 mmol) Acetessigsäureethylester, 6.57 g (105.8 mmol) Ethandiol und 5.22 g Montmorillonit K10 unter Rühren und Rückfluss zum Sieden erhitzt, bis die Wasserabscheidung abgeschlossen war.

Anschließend wurde das Reaktionsgemisch auf Raumtemperatur abgekühlt, filtriert und mit Cyclohexan gewaschen.

Das Lösungsmittel wurde am Rotationsverdampfer entfernt.

Das so erhaltene Rohprodukt wurde in einer fraktionierten Vakuumdestillation bei einem Druck von 2 hPa und einer Kopftemperatur von 84-85 °C mit Vigreux-Kolonnen gereinigt.

Ausbeute:

15.15 g = 100 %

9.42 g = 62 % (Literatur^[1] 66 %)

4. Physikalische Daten des Produktes

2-Methyl-1,3-dioxolan-2-essigsäureethylester:

Siedepunkt (Kp):

Lit.^[1]: 80-81°C (8 hPa)

Exp.: 84-85°C (2 hPa)

Brechungsindex (n_D^{20})

Lit.: 1.4326

Exp.: 1.4326

5. Spektrenauswertung:

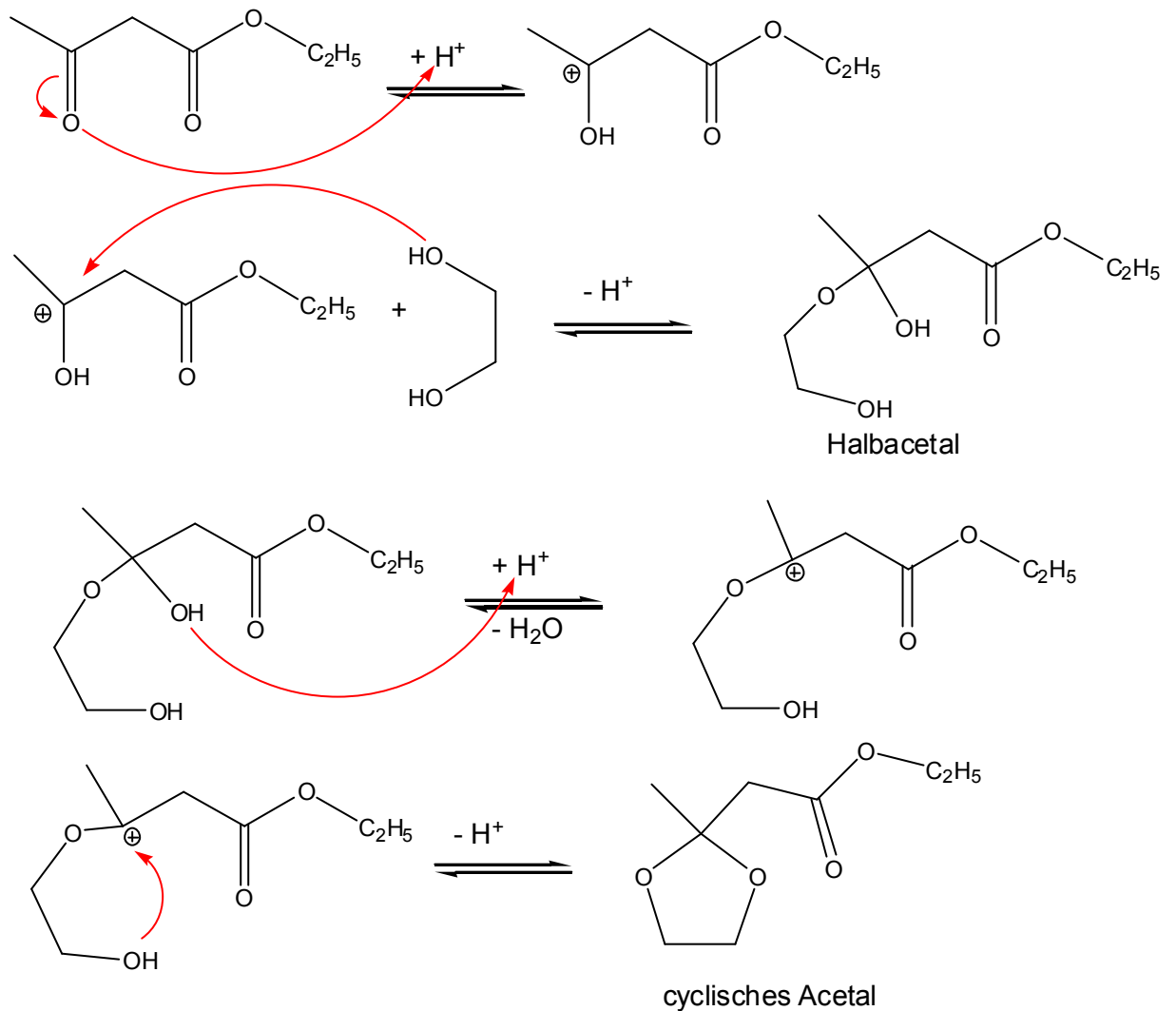
IR-Spektrum (KBr, fest):

<u>Exp. Wellenzahl [cm⁻¹]</u>	<u>Lit.^[2] Wellenzahl [cm⁻¹]</u>	<u>Schwingungstyp^[2]</u>
2985.75	2960, 2870	-CH ₃ -Valenz
2890.96	2925, 2850	-CH ₂ -Valenz
1736.94	1750-1730	C=O gesättigte Carbonsäure-alkylester
1447.89	1470-1400	-CH ₃ - u. -CH ₂ - Deform.
1370.57	1390-1370	-CH ₃ -Deformation
1188.28	1200-1150	-C-O-Valenz
1049.48	1150-1020	-C-O-C-Valenz (aliph.)

6. Mechanismus:

Der Acetessigsäureethylester wird durch die Säure protoniert. Die hieraus resultierende Ladung ist zwischen dem Sauerstoff und dem Kohlenstoff delokalisiert. Dadurch wird der nucleophile Angriff des Ethandiols an den Kohlenstoff ermöglicht. Nach Abspaltung eines Protons entsteht so ein Halbacetal.

Die so entstandene Hydroxygruppe wird nun durch ein weiteres Proton aktiviert und als Wasser abgespalten. Das entstandene Carbenium Ion ermöglicht nun den nucleophilen Angriff der zweiten alkoholischen OH-Gruppe und es entsteht das cyclische Acetal.



7. Abfallentsorgung:

Wässrige Phase aus dem Wasserabscheider	Wässrige Abfälle (sauer)
Cyclohexan	Halogenfreie KW's
Montmorillonit K10	Feststoffbehälter
Destillationsrückstand	Halogenfreie KW's

Literatur:

- [1] Hausvorschrift K002, Säurekatalysierte Acetalisierung von Acetessigsäureethylester mit Ethandiol zum entsprechenden Dioxolan.
- [2] Autorenkollektiv, *Organikum*, Wiley-VCH-Verlag, Weinheim, 2000, 21. Auflage S.92-94.