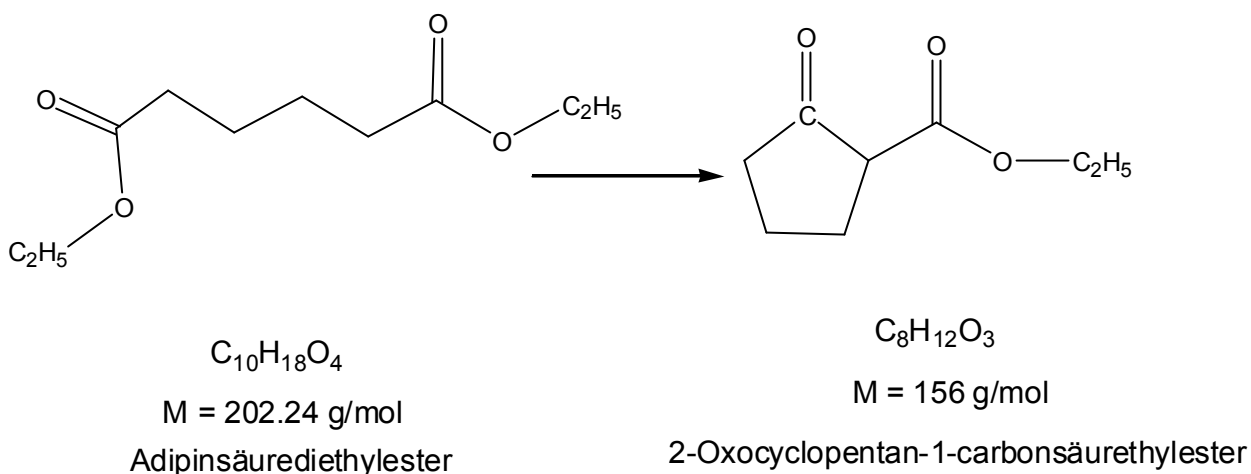


Darstellung von 2-Oxocyclopentan-1-carbonsäureethylester Präparat 7

1. **Reaktionstyp:** Dieckmann-Cyclisierung, intramolekulare Claisen-Ester Kondensation von Dicarbonsäureestern zu cyclischen Ketoestern

2. **Reaktionsgleichung:**



3. **Durchführung der Reaktion:**

3.1 Berechnung des Ansatzes:

Der Literaturansatz^[1] wurde auf eine Ausbeute von 5.46 g umgerechnet. Die Literaturausbeute^[1] beträgt 75 %.

	Toluol (abs)	Ethanol (abs)	Natrium	Adipinsäurediethylester	Eis	konz. HCl
Literatur ^[1]	500 ml (4.72 mol)	1 ml (17.1 mmol)	11.5 g (0.5 mol)	101.12 g (0.5 mol)	200 g	0.5 mol
eigener Ansatz	47 ml (0.44 mol)	0.1 ml (1.7 mmol)	1.08 g (47 mmol)	9.51 g (47 mmol)	19 g	1.72 g (47 mol)

3.2 Durchführung:

In einem 100 ml Dreihalsrundkolben mit Rückflusskühler, Trockenrohr, Tropftrichter und Magnetprüher wurden 1.08 g (0.05 mol) Natrium mit 47 ml (0.44 mol) trockenem Toluol zum leichten Sieden erhitzt, bis eine weißgraue Natrium Suspension entstanden war. Hiernach wurde eine Lösung aus 9.51 g (47 mmol) Adipinsäurediethylester und 0.1 ml absolutem Ethanol zugetropft. Die Reaktionsmischung wurde nun 6 Stunden unter Rückfluss erhitzt. Nach dem Abkühlen wurde die Reaktionslösung auf ein Gemisch aus 19 g Eis und 1.72 g (47 mmol) konz. HCl gegeben. Danach wurde die Organische Phase im Scheidetrichter abgetrennt und die wässrige Phase mit Diethylether gewaschen. Die vereinigten Extrakte wurden über Natriumsulfat getrocknet und das Lösungsmittel am Rotationsverdampfer entfernt. Der verbleibende Rückstand wurde unter Vakuum bei einem Druck von 8 mbar und einer Kopftemperatur von 104 °C fraktioniert destilliert.

Ausbeute:

7.33 g (47 mmol) = 100 %

1.02 g (6.5 mmol) = 14 % (Literatur^[1] 75 %)**4. Physikalische Daten des Produktes**

2-Oxocyclopentan-1-carbonsäureethylester

Siedepunkt (Kp):Lit.^[1]: 103 °C (17 mbar)

Exp.: 103 °C (8 mbar)

Brechungsindex (n_D^{20}):Lit.^[1]: 1.4519

Exp.: 1.4511

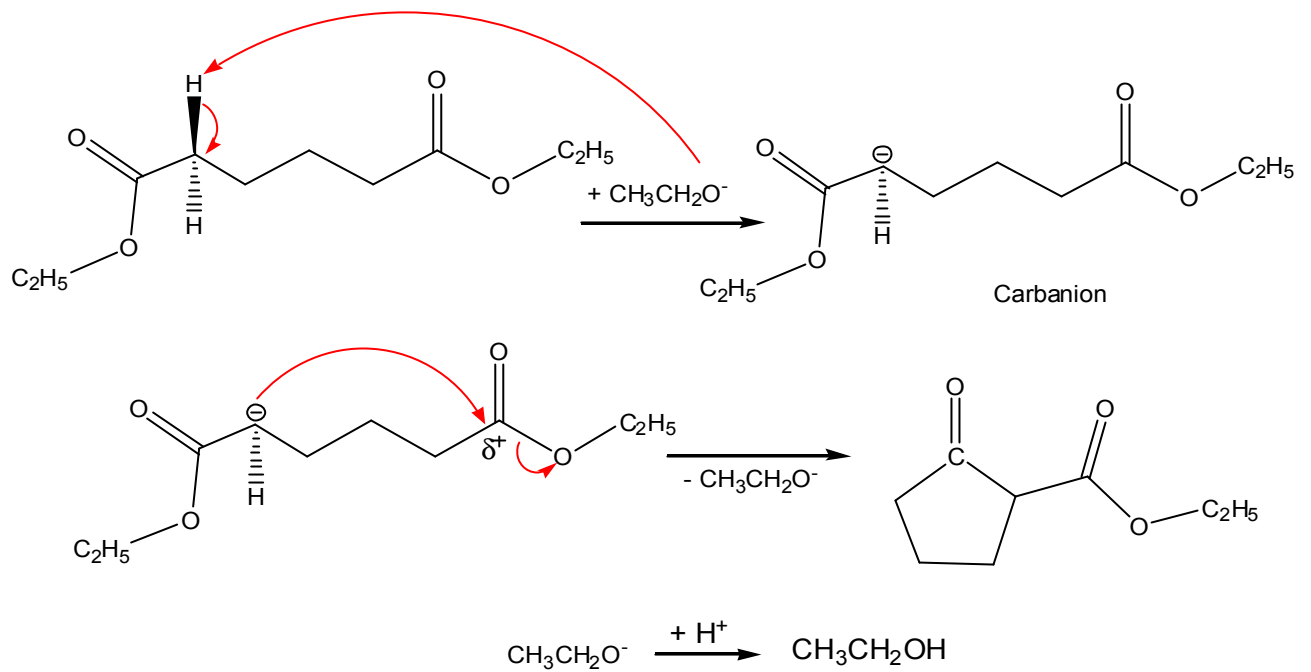
5. Spektrenauswertung:

IR-Spektrum (NaCl, flüssig):

<u>Exp. Wellenzahl [cm⁻¹]</u>	<u>Lit.^[2] Wellenzahl [cm⁻¹]</u>	<u>Schwingungstyp^[2]</u>
2979.61	2925-2850	-CH ₂ -Valenz
2850	3000-2800	-CH-Valenz
1755.55	1750-1730	-C=O-Valenz Carbonsäure-alkylester
1725.37	1850-1600	-C=O-Valenz Carbonylverbindungen
1453.76	1470-1400	-CH ₃ - und CH ₂ -Deformation
1190.84	1300-1020	-C-O-C-Valenz

6. Mechanismus:

Das Ethanolat-Ion abstrahiert im ersten Schritt das, der Carboxylgruppe benachbarte, acide Wasserstoffatom und es entsteht eine Carbanion. Dieses Ion greift nun nucleophil das positiviert Kohlenstoffatom der anderen Carboxylgruppe unter Ringbildung an. Es entsteht das gewünschte cyclische Produkt und ein weiteres Ethanolat-Ion.



7. Abfallentsorgung:

Natrium (als Ethanolat)	Wässriger Abfall (basisch)
Diethylether	Halogenfreie KW's
Abfiltriertes Natriumsulfat	Feststoffbehälter

Literatur:

- [1] Autorenkollektiv, *Organikum*, Wiley-VCH-Verlag, Weinheim, **2000**, 21. Auflage S. 544.
- [2] Autorenkollektiv, *Organikum*, Wiley-VCH-Verlag, Weinheim, **2000**, 21. Auflage S.92-94.