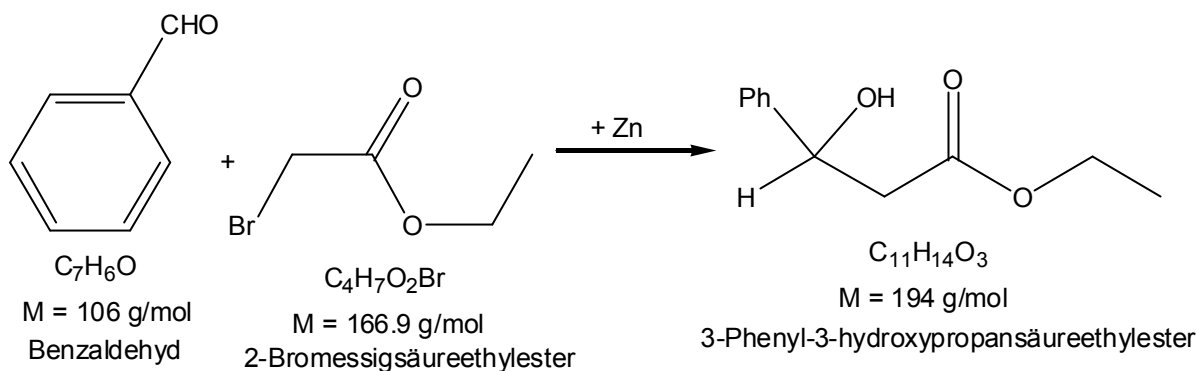


Darstellung von 3-Phenyl-3-hydroxy-propansäureethylester

Präparat 11

1. **Reaktionstyp:** Reformatzky-Synthese
2. **Strukturformel:**



3. **Durchführung der Reaktion:**
- 3.1 **Berechnung des Ansatzes:**

Der Literaturansatz^[1] wurde auf eine Ausbeute von 5 g umgerechnet. Die Literaturausbeute^[1] beträgt 62 %.

| | Zink Staub | Bromethylacetat | Benzaldehyd | Benzol (abs.) ? = 0.88 g/ml | Diethylether (abs.) ? = 0.71 g/ml |
|--------------------------|-----------------------|------------------------|------------------------|--------------------------------|---|
| Literatur ^[1] | 40 g (0.61 mol) | 83.5 g (0.5 mol) | 65 g (0.615 mol) | 80 ml (0.9 mol) | 20 ml (0.2 mol) |
| eigener Ansatz | 3.33 g (50.9 mmol) | 6.96 g (41.68 mmol) | 5.42 g (51.28 mmol) | 6.7 ml (75.47 mmol) | 1.7 ml (16.28 mmol) |

3.2 Durchführung:

In einen 500 ml Dreihalsrundkolben mit 250 ml Tropftrichter, Magnetrührer, Intensivkühler und Trockenrohr wurden 3.33 g (50.9 mmol) Zink Staub vorgelegt und etwa 1 ml einer Lösung aus 6.96 g (41.68 mmol) Bromethylacetat und 5.42 g (51.28 mmol) frisch destilliertem Benzaldehyd in 6.7 ml (75.47 mmol) trockenem Benzol und 1.7 ml (16.28 mmol) trockenem Diethylether zugetropft.

Es wurde langsam bis zum Start der Reaktion erwärmt und die restliche Lösung zugetropft, so dass ein ständiger Rückfluss zu beobachten war. Nach weiteren 30 min erhitzen unter Rückfluss wurde die Mischung im Eisbad gekühlt und etwa 17 ml 10% ige Schwefelsäure unter starkem Rühren zugegeben.

Die wässrige Phase wurde abgetrennt und die organische mit zweimal 5 ml 5% iger Schwefelsäure, 2 ml 10% iger Natriumcarbonatlösung und zweimal mit 2 ml Wasser gewaschen. Die vereinigten wässrigen Phasen wurden mit 10 ml Ether ausgeschüttelt. Die Benzol- und Etherphase wurden vereinigt und über Calciumsulfat getrocknet. Nach anschließendem Abtrennen des Trockenmittels wurde das Lösungsmittel am Rotationsverdampfer entfernt.

Der Rückstand wurde bei 15 mbar und einer Temperatur von 150 °C mit einer Kugelrohrdestillation destilliert.

Ausbeute:

8.1 g = 100 %

0.21 g = 3 % (Literatur^[1] 62 %)

4. Physikalische Daten des Produktes

3-Phenyl-3-hydroxy-propansäureethylester:

Schmelzpunkt (Fp):

Lit.^[1]: 152-154 °C (17 mbar)

Exp.: 150 °C (15 mbar)

Brechungsindex (n_{20}^D):

Lit.^[2]: 1.5090

Exp.: 1.5096

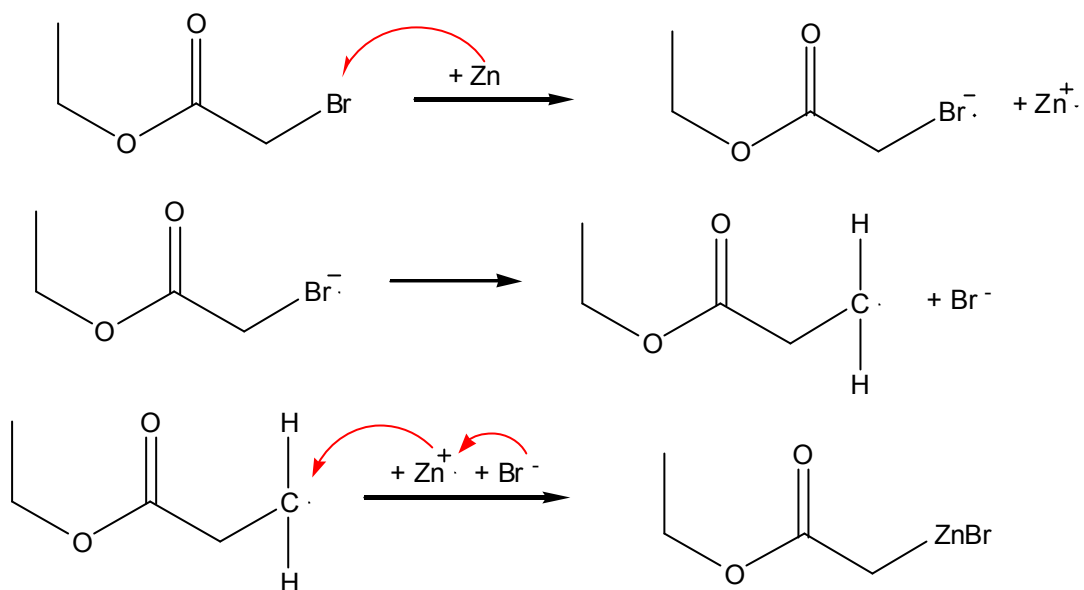
5. Spektrenauswertung:

IR-Spektrum (NaCl, flüssig):

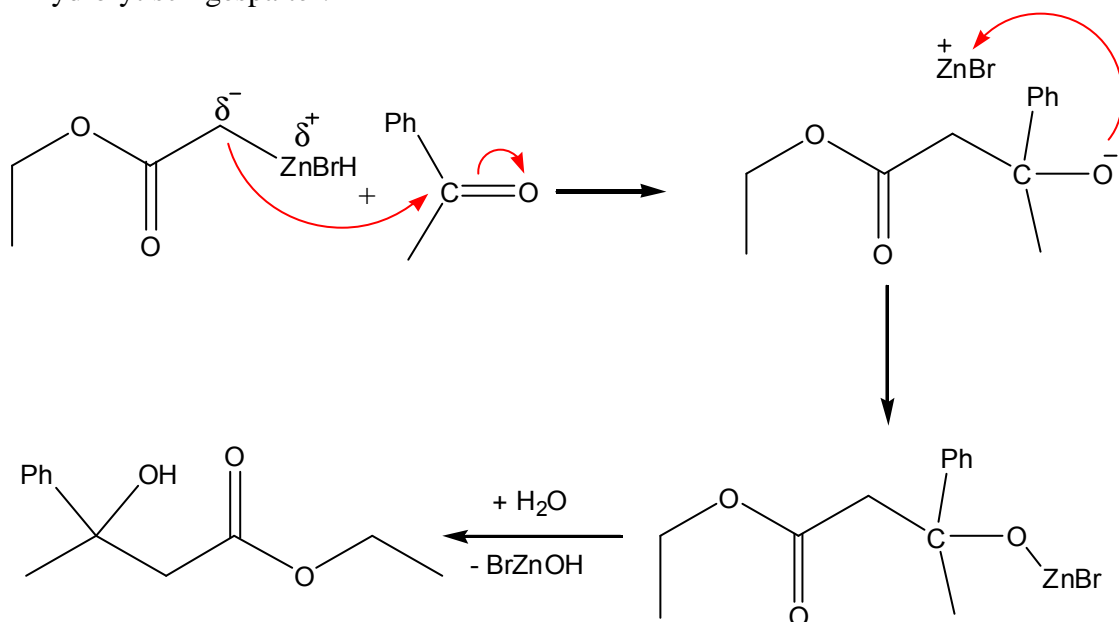
| <u>Exp. Wellenzahl [cm⁻¹]</u> | <u>Lit.^[2] Wellenzahl [cm⁻¹]</u> | <u>Schwingungstyp^[2]</u> |
|--|--|--|
| 3444.56 | 3600-3200 | OH-Valenz |
| 3031.90 | 3100-3000 | =CH-Valenz |
| 2982.66 | 2960-2870 | CH ₂ - und -CH ₃ -Valenz |
| 1731.27 | 1750-1730 | C=O-Valenz |
| 1494.80 | 1500-1480 | Ringschwingung |
| 1453.83 | 1470-1400 | CH ₂ - und CH ₃ -Deformation |
| 1196.02 | 1300-1050 | C-O-C-Valenz |
| 761.36 | 770-730 | =CH-Deformation |

6. Mechanismus:

Die Reformatsky-Sythese ist analog zur Grignard-Reaktion mit Carbonylverbindungen. Zuerst wird ein Elektron vom Zink auf den Bromessigsäureethylester übertragen, das so entstandene Radikalanion zerfällt aufgrund der schwachen Kohlenstoff-Halogenbindung in ein Bromidion und ein Ethylacetatradikal. Dieses reagiert nun mit dem Zinkradikal zum zinkorganischen Kation, welches dann mit dem Bromidion zum Reformatsky Reagenz reagiert.



Dieses ist aufgrund seiner nucleophilen Eigenschaften in der Lage das Kohlenstoffatom der Carbonylgruppe anzugreifen und so entsteht ein Zinkalkoholat. Aufgrund seiner geringeren Reaktivität im Vergleich zu den analogen Magnesium- bzw. Lithiumverbindungen reagiert es nicht mehr mit der reaktionsträgeren Estercarbonylgruppe, sondern ausschließlich mit der Ketocarbonylgruppe des Benzaldehyds. Das entstandene Zinkalkoholat wird anschließend mit Wasser hydrolytisch gespalten.



7. Abfallentsorgung:

| | |
|-------------------------|----------------------------|
| Natrium (als Ethanolat) | basischer wässriger Abfall |
| Calciumsulfat | Feststoffbehälter |
| wässrige Phasen | saurer wässriger Abfall |

Literatur:

- [1] Vogel, A.I.; *Vogel's textbook of practical organic chemistry*, Longman, **1987**, S.535.
- [2] Autorenkollektiv, *Organikum*, Wiley-VCH-Verlag, Weinheim, **2000**, 21. Auflage S.92-94.