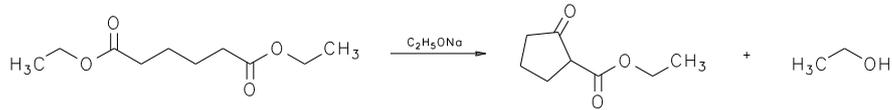


9.1.1. Cyclopentan-2-on-carbonsäureethylester

Cyclopentan-2-on-carbonsäureethylester ist eine Stufe eines Zweistufenpräparates: Adipinsäurediethylester (8.1.1) → Cyclopentan-2-on-carbonsäureethylester

Reaktion:



Ansatz: 1,75 g Natrium

15,5 g Adipinsäurediethylester

75 mL abs. Toluol

Ethanol, Calciumchlorid, Salzsäure, Diethylether, Natriumhydrogencarbonatlösung, Natriumsulfat

Vorschrift: Es ist unter Ausschluss der Luftfeuchtigkeit zu arbeiten. - Das Natrium, krustenfrei und in kleine Stücke zerschnitten, wird mit dem Toluol bedeckt und bei 120 °C Badtemperatur unter starkem Rühren suspendiert, wobei ein KPG-Rührer zu verwenden ist. Zu der noch heißen Natriumsuspension lässt man innerhalb von 1,5 Stunden den Adipinsäurediethylester, dem 1 mL abs. Ethanol beigemischt wurde, tropfen. Nach beendeter Zugabe rührt man weitere 6 Stunden bei 120 °C. Es kann unterbrochen werden. Nach Beendigung der Reaktion (das Natrium ist vollständig verbraucht) lässt man abkühlen und versetzt den Kolbeninhalt bis zur vollständigen Lösung mit 2n Salzsäure. Die organische Phase wird abgetrennt und die wässrige Phase noch zweimal mit je 30 mL Diethylether ausgeschüttelt. Die vereinigten organischen Phasen werden zuerst mit 25 mL Wasser, danach mit 25 mL Natriumhydrogencarbonatlösung und nochmals mit 25 mL Wasser gewaschen und über Natriumsulfat getrocknet. Nach dem Abdestillieren der Lösungsmittel Diethylether und Toluol (Rotationsverdampfer) wird über eine kleine Destillierbrücke mit kurzer Vigreux-Kolonnen destilliert

Literatur: Hünig, Märkel, Sauer, *Integriertes organisches Praktikum* Verlag Chemie **1979**, 407; Autorenkollektiv, *Organikum*, VEB Deutscher Verlag der Wissenschaften der DDR, **1999**, 20. Auflage, S.515-517

Produkt: Cyclopentan-2-on-carbonsäureethylester: Sdp.: 103 °C/13 Torr, $n = 1,4519$ (20 °C)

Ausbeute:

Mechanismus: intramolekulare Kondensation von Dicarbonsäureestern zu cyclischen Ketoestern (Dieckmann-Kondensation)

Bemerkungen: Auf die vollständige Umsetzung des Natriums bei Reaktionsende - vor Eingießen in die verdünnte Salzsäure - ist unbedingt zu achten.

Gefährdung: Natrium wirkt ätzend (C) und ist leichtentzündlich (F), Berührung mit Haut, Augen und Kleidung sowie mit Feuchtigkeit oder Wasser vermeiden. Diethylether ist hochentzündlich (F+), Toluol und Ethanol sind leichtentzündlich (F), von offenen Flammen, Wärmequellen und Funken fernhalten. Toluol ist gesundheitsschädlich (Xn), Kontakt mit dem menschlichen Körper und Einatmen der Dämpfe vermeiden

Entsorgung: Reaktionslösung in Sammelbehälter für anorganische Säuren. Waschlösungen in Sammelbehälter für Spül- und Waschwasser (neutral). Natriumsulfat in Behälter für Filter- und Aufsaugmassen. Diethylether, Toluol sowie Destillationsvorlauf und -rückstand in Behälter für halogenfreie, organische Lösungsmittel.

Zeitaufwand: Apparaturaufbau: 0,5 h; Reaktionsdauer: 9,0 h; Aufarbeitung: 2,5 h.

Betriebsanweisung

1. Umgang mit gefährlichen Stoffen

Substanz	Molmasse g/mol	Schmelzpunkt °C	Siedepunkt °C	Gefahrstoffsymbol	H-Sätze	P-Sätze
Cyclopentan-2-on-carbonsäureethylester	156,18		221			
Natrium	22,99	97,8	881	F, C	EUH014, H260, H314	P223, P231+P232, P260, P264, P280, P301+P330+P331, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, P335+P334, P370+P378, P402+P404, P405, P501
Adipinsäurediethylester	202,24	-19,8	245			
Toluol	92,14	-93	111	Xn, F	H225, H304, H315, H336, H361d, H373	P201, P202, P210, P233, P240, P241, P242, P243, P260, P264, P280, P281, P301+P310, P302+P352, P303+P361+P353, P308+P313, P321, P331, P332+P313, P370+P378, P403+P235, P405, P501
Ethanol	46,07	-114	78,3	F	H225	P210, P233, P240, P241, P242, P243, P280, P303+P361+P353, P370+P378, P403+P235, P501
Salzsäure, >25 %		-70	-85	C	H314, H335	P260, P264, P280, P301+P330+P331, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, P403+P233, P405, P501
Calciumchlorid	110,99	772	>1600	Xi	H319	P264, P280, P305+P351+P338, P337+P313
Diethylether	74,12	-116	34	F+, Xn	EUH019, EUH066, H224, H302, H336	P210, P233, P240, P241, P242, P243, P264, P280, P301+P312, P303+P361+P353, P330, P370+P378, P403+P235, P501
Natriumhydrogencarbonat	84,10	270				
Natriumsulfat	142,04	888				

2. Schutzmaßnahmen sowie Anweisungen zur Ersten Hilfe und Verhaltensregeln bei kleinen Unfällen

Substanz	Schutzmaßnahmen allgemein	Schutzmaßnahmen Körper	Anweisungen zur ersten Hilfe Haut	Anweisungen zur ersten Hilfe Augen	Anweisungen zur ersten Hilfe Inhalation	Anweisungen zur ersten Hilfe Verschlucken	Störverhalten bei kleinen Unfällen
Cyclopentan-2-on-carbonsäureethylester	ADL	BK	W	W	L	W	
Cyclopentan							
Natrium	DLP Paraffin	BHK	WFK	WA	LA	WA	Smetallbrandpulver, Zement
Adipinsäurediethylether	D	BK	WK	W	L	WE	WCSchP
Toluol	ADKL	BHK	WK	W	LA	A	PSch
Ethanol	DKL	BHK	WK	WA	L	WA	CSchP
Salzsäure > 25 %	ADL	BHK	WFK	WA	LA	WA	
Calciumchlorid	ADL	BHK	WA	WA	L	WEA	
Diethylether	ADL	BHK	WK	WA	LB	FA	PSch
Natriumhydrogencarbonat	AD	BK	W	W	L		
Natriumsulfat	AD	BK	W	W	L		