

## Darstellung von Ethyl(diphenylphosphono)acetat

Reaktionstyp: Umesterung

Arbeitstechniken und Methoden:

Standardverfahren, Destillation mit Ölpumpe

Geräte:

Standardgeräte

Chemikalien: **Achtung:** Der Ansatz muss auf die tatsächliche Ausbeute von Versuch 11-01 (1) umgerechnet werden!

- |   |                         |
|---|-------------------------|
| • Phosphorpentachlorid (6.75 g)             | • Phenol (4.86 g)       |
| • Triethylphosphonoacetat (3.64 g; 3.22 mL) | • Triethylamin (6.1 mL) |
| • abs. Toluol (30 mL)                       | • Essigester (30 mL)    |

Warnhinweise:

Phosphorpentachlorid reagiert heftig mit Wasser. Gesundheitsschädlich beim Verschlucken. Sehr giftig beim Einatmen. Verursacht Verätzungen.

Gesundheitsschädlich: Gefahr ernster Gesundheitsschäden bei längerer Exposition durch Einatmen.

Triethylphosphonoacetat reizt die Augen, die Atmungsorgane und die Haut. Kann bei Verschlucken gesundheitsschädlich sein.

Über die Gefährdungspotentiale von Toluol, Phenol und Triethylamin erkundigen Sie sich bitte in einem geeigneten Lehrbuch oder der „Allgemeinen Gefahrenstoffliste für das Grundpraktikum“.

Hinweis:

**Achtung:** Phosphorpentachlorid ist ein Oxidationsmittel.  
Es kann zur  $\alpha$ -Chlorierung von Säurederivaten führen.

Ausführung:

6.75 g Phosphorpentachlorid werden in einem 50 mL Dreihalskolben mit Innenthermometer und Rührkern portionsweise bei 0 °C zu 3.64 g (3.22 mL) Triethylphosphonoacetat hinzugefügt. Die Reaktionslösung wird mindestens 10 h bei 80 °C erhitzt. Das Ethyl(dichlorophosphono)acetat wird bei 6 mbar, 107 °C abdestilliert (Ölpumpe).

Achten Sie auf die Kühlfallen der Ölpumpe und leeren Sie diese rechtzeitig, falls sie sich füllen! (Welches Nebenprodukt entsteht bei der Reaktion, von dem abdestilliert werden muss?).

Das gereinigte Ethyl(dichlorophosphono)acetat wird in einem 250-mL-Rundkolben 30 mL abs. Toluol gelöst und mit 4.86 g Phenol versetzt.

Die Lösung wird auf 0 °C gekühlt und langsam mit 6.1 mL Triethylamin versetzt. Nach Ablauf der exothermen Reaktion wird noch 1 h bei RT gerührt, und filtriert.

Das Filtrat mit 30 mL Essigester verdünnt und gründlich dreimal mit 30 mL 1 M NaOH, dann mit 30 mL gesättigter  $\text{NH}_4\text{Cl}$ -Lösung und abschließend mit 30 mL Brine gewaschen und über Magnesiumsulfat getrocknet. Das nun erhaltene intensiv-orange Öl wird bei 4 mbar bei 220 °C destilliert (Ölpumpe und evtl. Sand- oder Metallbad).

Destillationsprotokoll:

Fraktion	1	2	3
Siedepunkt (°C)			
Druck (mbar)			
Badtemp. (°C)			
Menge (g)			
Brechungsindex			

Fragen vor der Ausführung des Versuchs:

1. Geben Sie Reaktionsgleichung und Mechanismus der durchzuführenden Reaktion im Detail an.
2. Wie kann das Reaktionsende festgestellt werden?
3. Unterbreiten Sie Vorschläge zur Überprüfung der Einheitlichkeit der Produkte und deren Struktursicherung.
4. Wie unterscheiden sich Edukt(e) und Produkt im IR und  $^1\text{H}$ -NMR?

Aufgaben nach der Durchführung des Versuchs:

6. Sichern Sie Einheitlichkeit und Struktur der erhaltenen Substanz entsprechend Frage 3!
7. Die hergestellte Verbindung ist in der präparativen Organischen Chemie ein sehr nützliches Reagenz. Wofür wird es verwendet?

Literatur:

K. Ando, *J. Org. Chem.* **1997**, 62, 1934-1939.