

## Darstellung von $\alpha$ -Phthalimidoessigsäureethylester (Teil 1) Darstellung von $\alpha$ -Phthalimidopropionsäureethylester (Teil 2)

Reaktionstyp: Nukleophile Substitution am gesättigten C-Atom

### Arbeitstechniken und Methoden:

Teil 1: Standardverfahren und Vakuumdestillation, Arbeiten unter Inertgas

Teil 2: Arbeiten unter Inertgas

### Geräte:

Standgeräte

### Ansatz:

#### Teil 1:

- Bromessigsäureethylester (3.6 g, 1 Äquivalent)
- Phthalimid-Kaliumsalz (1.1 Äquivalente)
- Dimethylformamid (DMF) abs. (60 mL)
- ges. NaCl-Lösung
- Diethylether
- MgSO<sub>4</sub> zum Trocknen

#### Teil 2:

- $\alpha$ -Brompropionsäureethylester (1.1 mL, 1 Äquivalent)
- Phthalimid-Kaliumsalz (1.1 Äquivalente)
- DMF abs. (30 mL)

### Warnhinweise:

#### Teil 1:

Bromessigsäureethylester ist sehr giftig beim Einatmen, Verschlucken und Berührung mit der Haut.

Dimethylformamid (DMF) ist gesundheitsschädlich beim Einatmen und bei Berührung mit der Haut. Es kann das Kind im Mutterleib schädigen!

#### Teil 2:

DMF siehe oben,

$\alpha$ -Brompropionsäureethylester ist entzündlich und gesundheitsschädlich beim Verschlucken. Es reizt die Augen, Atmungsorgane und die Haut.

### Hinweis zu Teil 1 und Teil 2

Die Apparatur wird vorher im Trockenschrank ausgeheizt!

### Ausführung:

#### Teil 1:

Das Phthalimidsalz wird in 40 mL DMF gelöst. Der Bromessigsäureethylester wird in 20 mL DMF gelöst und unter Stickstoffgegenstrom in die Phthalimid-Lösung gegeben (*Was beobachten Sie?*). Die Mischung wird bei 60 °C gerührt.

#### Teil 2:

Das Phthalimidsalz wird unter Stickstoffgegenstrom in den Kolben gegeben und mit der halben Menge DMF überschichtet. Der  $\alpha$ -Brompropionsäureethylester wird in dem übrigen DMF gelöst und zum Phthalimidsalz in den Kolben gegeben. (*Beobachtung!*) Die Mischung wird 5.5 Stunden bei 60 °C gerührt.

### Aufarbeitung:

#### Teil 1:

Die Suspension wird filtriert, um das überschüssige Phthalimidsalz zu entfernen. Das Filtrat wird mit 10 mL halbgesättigter Brine versetzt. Anschließend wird dreimal mit je 30 mL Diethylether extrahiert. Die vereinten organischen Phasen werden einmal mit 15 mL Brine gewaschen und anschließend über MgSO<sub>4</sub> getrocknet. Das Lösemittel wird mit Hilfe des ROTIs abdestilliert (*DMF lässt sich nicht gut abrotieren, daher eventuell über Destillationsapparatur bei höherem Vakuum destillieren!*). Das Produkt fällt aus dem Rückstand aus und kann mit Diethylether gewaschen werden.

#### Teil 2:

Die Suspension wird zuerst filtriert (*Der Feststoff im Filter muss gut mit Diethylether gewaschen werden, sonst Ausbeuteverlust!*). Das Filtrat wird zusammen mit der Waschlösung in einen Erlenmeyer-Kolben überführt und unter rühren langsam mit 30 mL ges. NaCl-Lösung versetzt (Vorsicht!, Beobachtung! *Was passiert?*).

Anschließend werden die beiden Phasen mittels eines Scheidetrichter getrennt. Die wässrige Phase wird dreimal mit je 15 mL Diethylether gewaschen. Die vereinten organischen Phasen werden über MgSO<sub>4</sub> getrocknet und anschließend bis zur Trockenen eingeeengt.

Das Rohprodukt wird mittels einer Säulenchromatographie (EE/PE 1:9, 20 g Kieselgel pro Gramm Substanz) gereinigt.

### Hinweis:

Die Waschlösungen werden erst dann verworfen, wenn sicher ist, das darin kein Produkt gelöst ist.

Fragen vor 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 wird aus einem Phthalimid ein Amin erzeugt und unter welchem Namen ist diese Reaktion bekannt? Nennen Sie noch weitere Methoden um Amine zu synthetisieren.
5. Warum kann Alanin nicht aus  $\alpha$ -Bromessigsäureethylester und Ammoniak herstellen werden?

Aufgaben nach Durchführung des Versuchs:

6. Sichern Sie Einheitlichkeit und Struktur der erhaltenen Substanz entsprechend Frage 3!