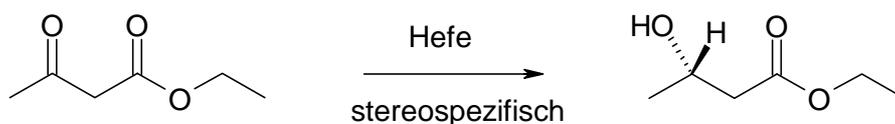


Reduktion von Ketonen: **S(+)-Ethyl-3-hydroxybutanoat**

Microscale



Rk. bei RT
GC
IR-Spektrum

Chemikalien:

Alle Transfers von Flüssigkeiten erfolgen mit einer geeigneten Pipette!

Durchführung der Reaktion:

An den Vakuumschluss der 25 ml Saugflasche schließt man luftdicht den Teflonschlauch an (Silicon-Übergangsstück von Herrn Bodenstedt ausleihen), außerdem legt man sich einen Gummistopfen zurecht, um die Saugflasche damit zu verschließen. In der Saugflasche löst man 2.3 g Rohrzucker und 15 mg Dinatriumhydrogenphosphat in 8.5 ml warmem (35 °C) Wasser (nicht entionisiert!). Man fügt 0.5 g Trockenhefe zu, verschließt mit dem Gummistopfen und verteilt die Hefe durch vorsichtiges Schütteln gut. Das andere Ende der Saugflasche wird in ein Gefäß mit Wasser eingetaucht. Wenn nach 15 Minuten kräftige Gasentwicklung vorhanden ist, fügt man 150 mg Acetessigester zu dem Gemisch. Der verschlossene Kolben mit Teflonschlauch wird für mindestens 48 Stunden (länger schadet nicht) an einen ca. 30 - 35 °C warmen Platz gestellt.

Isolierung und Reinigung:

Danach fügt man 0.5 g Kieselgel zu, mischt gut, und saugt den Feststoff (mit Hefezellen) ab. Wenn die Lösung nach dem ersten Filtrieren trüb sein sollte, lässt man sie ein zweites Mal durch den gleichen Filter laufen. Der feste Rückstand wird mit 1.5 ml Wasser gewaschen und die wässrige Lösung mit Natriumchlorid gesättigt, um die Löslichkeit des Produkts zu verringern. Diese Lösung extrahiert man fünfmal mit je 1.5 ml MTBE; man vermeide Emulsionsbildung beim Durchmischen der beiden Flüssigkeiten. Zufügen einer kleinen Menge Methanol würde helfen, eine Emulsion zu trennen. Die vereinigten Etherextrakte werden mit Natriumsulfat getrocknet. Den Ether lässt man portionsweise in einem anderen - tarierten - Gefäß verdunsten. Nach dem vollständigen Verdunsten des MTBE (Geruch!) bestimmt man die Rohausbeute und fertigt ein Gaschromatogramm an.

Ebenso wird ein IR-Spektrum des Produkts aufgenommen; man beachte die Keto-Carbonyl- und die Hydroxy-Bande.

Die Menge des Produktes genügt leider nicht für eine Bestimmung des Drehwertes.

Literaturausbeute: ca. 100 mg