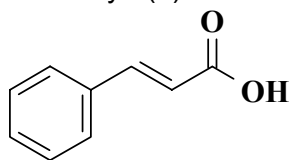


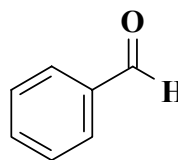
Aufgabe Pos. 2 Aufarbeitung eines Reaktionsgemisches

Einleitung:

Die basenkatalysierte Kondensation zwischen Benzaldehyd und Malonsäure liefert nach der Decarboxylierung Zimtsäure. Das eingeengte Reaktionsgemisch enthält neben Zimtsäure (I) nicht umgesetzten Benzaldehyd (II).



(I)



(II)

Aufgabe:

Die Zimtsäure ist durch Extraktion zu isolieren und anschliessend durch Umkristallisation zu reinigen. Die Reinheit der Zimtsäure wird mittels Schmelzpunkt und DC überprüft.

Reagenzien:

- Diethylether p.a.	- Ethanol p.a.
- Kaliumhydroxidlösung $c(\text{KOH}) = 2 \text{ mol/l}$	- Toluol p.a.
- Salzsäure $w(\text{HCl}) = 32 \%$	- Essigsäure p.a.
- Natriumsulfat Trocknungsmittel	- Aceton p.a.

Ausführung:

Das Gemisch wird mit ca. 50 ml Diethylether in einen Scheidetrichter überführt und die Suspension zweimal mit je 50 ml Kaliumhydroxidlösung $c(\text{KOH}) = 2 \text{ mol/L}$ extrahiert. Die wässrigen Phasen werden nacheinander einmal mit Diethylether gewaschen.

Die organischen Etherphasen werden vereinigt, mit Natriumsulfat getrocknet, filtriert und am Rotationsverdampfer vollständig eingeeengt.

Die wässrigen Phasen mit der Zimtsäure werden vereinigt. Die Zimtsäure wird mit konz. Salzsäure (32%) freigesetzt (Temperatur $\leq 25^\circ\text{C}$) und durch Filtration abgetrennt. Der noch feuchte Filterkuchen wird mit Wasser/Ethanol (Volumenanteile 3:1) umkristallisiert. Die gereinigte Zimtsäure wird im Vakuumtrockenschrank oder am Rotationsverdampfer ($60^\circ\text{C} / 20 \text{ mbar}$) getrocknet.

Die gereinigte Zimtsäure und der rohe Benzaldehyd werden abgefüllt und dem Experten abgegeben.

DC-Angaben:

Platte	: $10 \times 10 \text{ cm}$, Kieselgel 60 F 254
Fliessmittel	: Toluol / Essigsäure (Volumenanteile 96 : 4)
Konzentration	: 10 mg/ml Aceton
Auftragsvolumen	: 2 μl
Nachweis	: UV 254 nm
Referenz	: Zimtsäure; Benzaldehyd

Verlangt werden:

- Ausbeute des rohen Benzaldehyds in g und %
- Ausbeute der gereinigten Zimtsäure in g und %
- Schmelzpunkt der umkristallisierten Zimtsäure
- DC (Gemisch, Benzaldehyd roh, Zimtsäure roh und rein)