

Aufgabe Pos. 2: Allgemeine Synthese

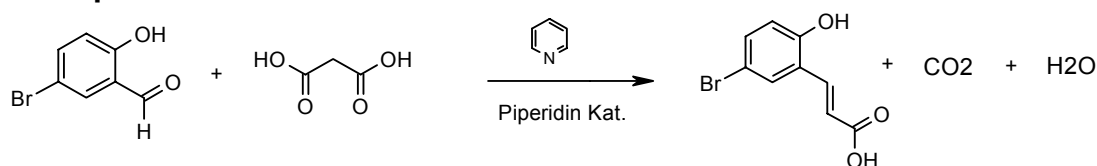
Methode:

Herstellung einer substituierten Zimtsäure aus Malonsäure und Salicylaldehyd unter CO₂- und Wasserabspaltung nach einer Knoevenagel-Doebner-Reaktion.

Einleitung:

5-Brom-salicylaldehyd und Malonsäure werden in Pyridin unter Zusatz von Piperidin als Katalysator bei 100 °C zu 5-Brom-2-hydroxy-zimtsäure umgesetzt. Das Reaktionsgemisch wird sauer gestellt, mit Essigsäureethylester extrahiert und anschliessend über das Ammoniumsalz gereinigt. Die Reinheit des Produktes wird mittels Schmelzpunkt kontrolliert.

Prinzip:



Reagenzien:

5-Brom-salicylaldehyd	(Fluka Nr. 18 302)
Malonsäure	(Fluka Nr. 63 301)
Piperidin	(Fluka Nr. 80 640)
Pyridin getrocknet	(Fluka Nr. 82 702)
Salzsäure conc.	
Sole (NaCl-Lösung ges.)	
Ammoniak (c = 2 mol/L)	
Essigsäureethylester	
Hexanfraktion	(Fluka Nr. 52 790)

Sicherheit / Ökologie:

Es sind die geeigneten Sicherheitsmassnahmen zu treffen und alle Arbeiten in der Kapelle durchzuführen.

Arbeitsvorschrift:

In einer geeigneten Apparatur 30.0 mmol Malonsäure in 20 mL Pyridin vorlegen. Dann 15.0 mmol 5-Bromsalicylaldehyd und 0.3 mL Piperidin zugeben. Innert ½ h auf 100 °C erhitzen und 1.5 h bei dieser Temperatur nachrühren. Anschliessend auf Raumtemperatur abkühlen lassen und auf eine Mischung von 100 g Eis, 100 mL H₂O und 25 mL Salzsäure conc. giessen und mit Essigsäureethylester extrahieren, 3 x mit H₂O und 1 x mit Sole waschen. Über Na₂SO₄ trocknen und vollständig eindampfen.

Reinigung: Das Rohprodukt in 50 mL Ammoniak (c = 2 mol/L) lösen und 3 x mit je 15 mL Essigsäureethylester waschen. Die wässrige Phase mit Salzsäure conc. bei 5-10 °C unter Rühren auf pH ca. 2 stellen. 10 mL Hexanfraktion zugeben, mind. ½ h bei 0-5 °C nachrühren, das ausgefallene Produkt abfiltrieren, mit H₂O waschen und bei 50-60 °C trocknen.

Analytik: Vom getrockneten Produkt wird der Schmelzpunkt bestimmt.

Produkteabgabe:

- Produkt getrocknet und abgefüllt
- Protokoll