

Darstellung von (E,E)-1,4-Diphenylbuta-1,3-dien

Reaktionstyp: Arbuzov- und Horner-Reaktion

Arbeitstechniken und Methoden:

Standardverfahren

Geräte:

Standardgeräte, Sandbad

Chemikalien:

- Benzylchlorid (6.01 g)
- Triethylphosphit (7.9 g)
- Zimtaldehyd (6.28 g)
- Dimethylformamid (50 mL)
- Natriummethanolat (2.7 g)
- Methanol (50 mL)
- Ethanol (250 mL)

Warnhinweise:

Benzylchlorid ist gesundheitsschädlich beim Verschlucken und giftig beim Einatmen. Es reizt die Atmungsorgane und die Haut, es besteht die Gefahr ernster Augenschäden. Kann Krebs erzeugen.

Triethylphosphit reizt die Augen und die Haut, es ist sehr giftig für Wasserorganismen. Nach dem Verschlucken viel Trinken und Erbrechen auslösen.

Zimtaldehyd reizt die Haut und ist gesundheitsschädlich bei Berührungen, es kann Sensibilisierungen auslösen.

Dimethylformamid ist fruchtschädigend, reizt die Augen und ist gesundheitsschädlich beim Einatmen und bei Berührungen mit der Haut.

Ethylchlorid ist hochentzündlich, leicht flüchtig und sehr reaktionsfreudig. Es reizt die Augen, die Atmungsorgan und die Verdauungswege. Ethylchlorid steht im Verdacht krebserzeugende Wirkung zu haben.

Über das Gefährdungspotential von Methanol erkundigen Sie sich in einem geeigneten Lehrbuch oder der „Allgemeinen Gefahrenstoffliste für das Grundpraktikum“.

Ausführung:

Benzylchlorid und destilliertes Triethylphosphit werden so lange auf ca. 200 °C (*Außentemperatur, Sandbad*) erhitzt, bis die eingetretene Gasentwicklung (*Ethylchlorid, Abzug!*) beendet ist (*ca. 1 h*).

Nach dem Erkalten werden 45 mL wasserfreies Dimethylformamid und 2.7 g Natriummethanolat zugesetzt und zu der auf 0 °C abgekühlten Lösung unter kräftigem Rühren der frisch destillierte Zimtaldehyd (6.28 g) in 5 mL DMF zugetropft (*Was beobachten Sie?*).

Es werden weitere 15 min bei Raumtemperatur gerührt. Das Reaktionsprodukt wird durch langsame Zugabe eines Gemisches von 22 mL H₂O und 11 mL Methanol ausgefällt; es wird abgesaugt und mit viel Wasser sowie mit kaltem Methanol gewaschen, danach im Exsikkator getrocknet und aus ca. 250 mL Ethanol umkristallisiert.

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 ¹H-NMR?

Aufgaben nach der Durchführung des Versuchs:

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

Literatur:

Tietze-Eicher, *Reaktionen und Synthesen*, S. 192, 2. Aufl..

J. Gillois, G. Guillermin, M. Savignac, E. Stephan, L. Vo-Quang, *J. Chem. Educ.*, 57, (1980), 161.