

Anisaldehyd aus Anisol

Reaktionstyp: Vilsmeier-Synthesen

Arbeitstechniken und Methoden:

Standardverfahren, Bisulfit-Bildung und Vakuumdestillation

Geräte:

Standardgeräte

Chemikalien:

Ansatz nach Anweisung des Assistenten reduzieren!

- Anisol (21.63 g)
- *N*-Methyl-formanilid (37.0 mL)
- Phosphorylchlorid (28.0 mL)
- 5 N Natronlauge
- Ether zum Extrahieren
- Hydrogencarbonat
- Natriumsulfat zum Trocknen
- Natriumhydrogensulfit
- 2 N Schwefelsäure

Warnhinweise:

Achtung! Phosphorylchlorid wirkt stark ätzend! Abzug! Schutzbrille!

N-Methylanilin ist giftig und darf keinesfalls ins Abwasser gegeben werden, da sehr giftig für Wasserorganismen!

Anisaldehyd ist reizend und gesundheitsschädlich.

Ausführung:

Die Reaktion wird in einem 250-mL-Dreihalskolben mit Rührer, Rückflusskühler mit einem mit Calciumchlorid gefüllten Trockenrohr, Innenthermometer und Tropftrichter durchgeführt. Unter Rühren und Kühlen mit Eiswasser wird zu dem Gemisch aus Anisol und *N*-Methyl-formanilid das Phosphorylchlorid so zuge-
tropft, dass die Innentemperatur 20 °C nicht überschreitet.

Dann wird 1 h bei 20 °C gerührt und schließlich 3 h unter Rühren auf 60 °C erhitzt.

Aufarbeitung:

Zur Zersetzung des Reaktionsprodukts gibt man 200 mL Eis unter Kühlung zur Reaktionsmischung und bringt sie durch Zusatz von 5 N Natronlauge auf pH-Wert 6. Es wird ausgeethert.

Die vereinigten Etherextrakte werden mit wässriger Hydrogencarbonat-Lösung entsäuert und über Natriumsulfat getrocknet. Der Ether wird abdestilliert und reinigt den Rückstand durch Destillation oder Kristallisation.

Reinigung:

Es empfiehlt sich eine Reinigung über das Bisulfitaddukt. Dazu wird der Ether-extrakt mit 40%iger Natriumhydrogensulfit-Lösung („Bisulfitlösung“) geschüttelt, die abgeschiedene Bisulfitverbindung abgesaugt und mit Ether gewaschen. Schließlich werden die Bisulfitaddukte mit 2 N Schwefelsäure erwärmt, bis die Schwefeldioxidentwicklung aufhört, ethert aus, entsäuert, trocknet und destilliert.

| Fraktion | 1 | 2 | 3 |
|-----------------|---|---|---|
| Siedepunkt (°C) | | | |
| Druck (mbar) | | | |
| Badtemp. (°C) | | | |
| Menge (g) | | | |
| Brechungsindex | | | |

Fragen vor der Ausführung des Versuchs:

1. Geben Sie Reaktionsgleichung und Mechanismus der durchzuführenden Reaktion im Detail an.
2. Welche Nebenprodukte können entstehen?
3. Wie kann das Reaktionsende festgestellt werden?
4. Warum darf die Reaktionstemperatur 70 °C nicht überschreiten?
5. Wie unterscheiden sich Edukte und Produkt im ¹H-NMR- und IR-Spektrum?

Aufgaben nach der Durchführung des Versuchs:

6. Was ist ein Bisulfit-Addukt?
7. Wie kann das benötigte *N*-Methyl-formanilid hergestellt werden?

Literatur:

Organikum, D. 5.1.8.3. Vilsmeier-Synthese (Tabelle 5.56).