

Knoevenagel-Reaktion

Reaktionstyp: Knoevenagel-Reaktion

Arbeitstechniken und Methoden:

Standardverfahren

Geräte:

Standardgeräte

Chemikalien:

- Malonester (13.12 g)
- Salicylaldehyd (10.00 mL)
- Piperidin (0.28 mL)
- Eisessig (0.98 g)
- Toluol (75 mL)
- Natriumchlorid-Lösung
- Natriumsulfat

Warnhinweise:

Malonester reizt die Augen, die Atmungsorgane und die Augen. Die Dämpfe sollten nicht eingeatmet werden und die Berührung mit Haut und Augen vermieden werden.

Salicylaldehyd ist gesundheitsschädlich bei Berührung mit der Haut und beim Verschlucken. Es besteht die Möglichkeit von irreversiblen Schäden durch einmalige, wiederholte oder längerer Exposition.

Piperidin ist ein leicht entzündlicher Stoff. Nicht einatmen oder mit der Haut in Berührung bringen. Kann Verätzungen verursachen.

Über das Gefährdungspotential von Eisessig, Toluol, NaCl-Lösung und Natriumsulfat erkundigen Sie sich in einem geeigneten Lehrbuch oder der „Allgemeinen Gefahrenstoffliste für das Grundpraktikum“.

Ausführung:

In einem 250-mL-Rundkolben mit Wasserabscheider und Rückflusskühler wird Gemisch aus Malonester (13.12 g), Salicylaldehyd (10.00 g), Piperidin (0.28 g) und Eisessig (0.98 g) in 75 mL Toluol unter Rückfluss erhitzt. Der Wasserabscheider sollte nicht mehr als die Hälfte des eingesetzten Toluols

fassen (ggf. mehr Toluol einsetzen). Die Reaktion ist beendet, wenn sich kein Wasser mehr abscheidet (2 bis 6 h). Es wird abgekühlt, wäscht die organische Phase viermal mit wenig halbgesättigter NaCl-Lösung und engt das Lösungsmittel unter Vakuum ein. Der Rückstand wird aus Ethanol/Wasser 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. Welche Unterschiede zwischen Edukte und Produkt erwarten Sie im IR- und ^1H -NMR-Spektrum?

Aufgaben nach der Durchführung des Versuchs:

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

Literatur:

Organikum, 21. Aufl., S. 527.