

Reduktion von Zimtaldehyd mit NaBH₄

Reaktionstyp: Reduktion

Arbeitstechniken und Methoden:

Standardverfahren und Vakuumdestillation

Geräte:

Standardgeräte, Vakuumdestillationsapparatur

Chemikalien:

- Zimtaldehyd (19.8 g)
- Methanol (40 mL)
- 2 N NaOH
- NaBH₄ (2.84 g)
- Diethylether (200 mL)
- Natriumsulfat

Warnhinweise:

Zimtaldehyddämpfe sind schädlich beim Einatmen und reizen die Haut. Es besteht die Gefahr ernster Augenschäden.

Natriumborhydrid verursacht Verätzungen und ist giftig beim Berühren mit der Haut und beim Verschlucken. Es reagiert heftig mit Wasser unter Bildung hochentzündlicher Gase.

Über die Gefährdungspotentiale von Methanol, Diethylether und Natronlauge erkundigen Sie sich in einem geeigneten Lehrbuch oder der „Allgemeinen Gefahrenstoffliste für das Grundpraktikum“.

Das Produkt ist gesundheitsschädlich. Es reizt die Augen und kann bei Hautkontakt zur Sensibilisierung führen.

Durchführung:

Der Zimtaldehyd wird in 40 mL Methanol gelöst und drei Tropfen 2 N NaOH werden zugegeben. In einem Dreihalskolben mit Rückflusskühler und Rührer wird bei 0 °C das Natriumborhydrid in kleinen Portionen zugegeben. Nach beendeter Zugabe werden 30 min weitergerührt.

Die Reaktionsmischung wird mit 200 mL Wasser in einen Scheidetrichter gespült und viermal mit je 50 mL Diethylether extrahiert. Die vereinigten organischen Phasen werden nochmals mit 50 mL H₂O gewaschen und anschließend mit Na₂SO₄ getrocknet, der Diethylether abdestilliert und der Rückstand im Vakuum destilliert.

Destillationsprotokoll:

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. Wie kann das Reaktionsende festgestellt werden?
3. Unterbreiten Sie Vorschläge zur Überprüfung der Einheitlichkeit der Produkte und deren Struktursicherung.
4. Wie unterscheiden sich Produkt und Edukt im IR, im ¹H-NMR und im ¹³C-NMR? Nennen Sie charakteristische Banden bzw. Peaks.
5. Welches Problem kann bei der Reaktion von Natriumborhydrid und Propenaldehyd auftreten? Wie können Sie dies feststellen?

Aufgaben nach der Durchführung des Versuchs:

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

Literatur:

Hünig-Märkel-Sauer, *Integriertes Organisches Praktikum*, Verlag Chemie 1979.