

Darstellung von Guajakolallylether

Reaktionstyp: Nukleophile Substitution, *Williamson*-Ethersynthese

Arbeitstechniken und Methoden:

Standardverfahren und Vakuumdestillation mit Ölpumpe

Geräte:

Standgeräte und Ölpumpe

Chemikalien:

- Guajakol (6.3 g)
- Allylbromid (6.6 g)
- K₂CO₃ (wasserfrei) (7.5 g)
- trockenes Aceton (30 mL)
- Diethylether
- 10%ige NaOH zur Aufarbeitung
- K₂CO₃ (wasserfrei) zum Trocknen

Warnhinweise:

Guajakol ist gesundheitsschädlich beim Verschlucken. Es ist Licht- und Luftempfindlich.

Allylbromid ist *leicht entzündlich* (Fp. -2 °C) und giftig beim Einatmen und Verschlucken.

Es verursacht Verätzungen und ist sehr giftig für Wasserorganismen. Lichtempfindlich.

Hinweis: Absolutierung von Aceton siehe Organikum.

Ausführung:

Eine Mischung aus 6.3 g Guajakol, 6.6 g Allylbromid, 7.5 g K₂CO₃ (wasserfrei) in 30 mL Aceton (abs.) wird 8 Stunden unter Rückfluss im Nachtzug erhitzt. Die erkaltete Reaktionsmischung wird mit 20 mL Wasser verdünnt und anschließend zweimal mit je 10 mL Ether extrahiert. Die vereinten organischen Phasen werden zweimal mit je 10 mL 10%iger NaOH-Lösung gewaschen und über K₂CO₃ getrocknet. Das Lösemittel wird mit Hilfe des ROTis abdestilliert.

Nach dem Bestimmen der Rohausbeute wird zur Reinigung im Vakuum destilliert. Verwenden Sie hierzu eine möglichst kleine Apparatur! Führen Sie ein

genaues Destillationsprotokoll! Achten Sie auch darauf, nicht zu heiß zu destillieren (*Warum?*).

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

Fragen vor Ausführung des Versuchs:

1. Geben Sie Reaktionsgleichung und Mechanismus der durchzuführenden Reaktion im Detail an.
2. Welche Nebenreaktionen können prinzipiell bei der *Williamson*-Ethersynthese stattfinden?
3. Wie kann das Reaktionsende festgestellt werden?
4. Unterbreiten Sie Vorschläge zur Überprüfung der Einheitlichkeit der Produkte und deren Struktursicherung. Welche Unterschiede zwischen Edukt und Produkt erwarten sie im IR?
5. Welche Produkte sind zu erwarten, wenn man Crotylbromid anstelle von Allylbromid einsetzt?
6. Berechnen Sie die benötigte Menge um 7.5 mL einer 10%igen NaOH-Lösung herzustellen.

Aufgaben nach Durchführung des Versuchs:

5. Sichern Sie Einheitlichkeit und Struktur der erhaltenen Substanz entsprechend Frage 4!
6. Die synthetisierte Verbindung wird als Edukt für die Darstellung eines Naturstoffes verwendet. Wie heißt dieser? Struktur und Vorkommen?

Das Produkt wird in Versuch V 13-04 verwendet.

Entsprechend nach Absprache mit dem Assistenten aufbewahren!

Literatur:

Lit.: *Org. Synth.* Collective Vol. III, 418, Teil 1.