

Universität Leipzig
Studiengang Chemie (Bachelor)
Grundpraktikum Organische Chemie

Toshiki Ishii

Leipzig, 25. April 2014

4-Benzyloxy-3-methoxybenzaldehyd

Tag der Abgabe des Präparates 25.04.2014

Tag der Abgabe des Protokolls 25.04.2014

4-Benzoyloxy-3-methoxybenzaldehyd

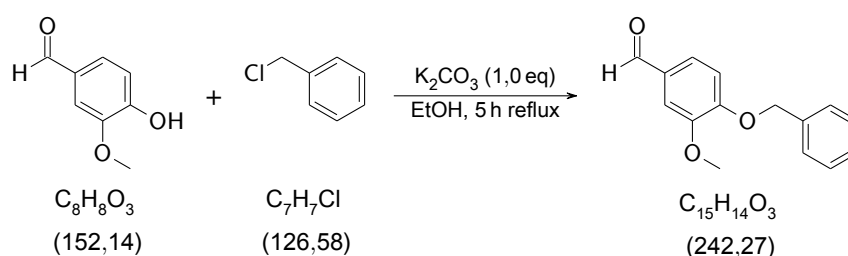
1. Einführung

4-Benzoyloxy-3-methoxybenzaldehyd (O-Benzylvanillin) entsteht in einer S_N2-Reaktion durch nucleophilen Angriff der Hydroxygruppe des Vanillins an den benzylichen Kohlenstoff des Benzylchlorids. Unter den Reaktionsbedingungen liegt die phenolische Hydroxygruppe des Vanillins deprotoniert vor, wodurch ihre Nucleophilie erhöht ist.

2. Literaturangabe

- [1] L. Shen, D. Sun, *Total synthesis and structural revision of engelhardione*. *Tetrahedron Lett.* **2011**, 52, 4570–4574. <http://dx.doi.org/10.1016/j.tetlet.2011.06.112>
- [2] G. Xi, Z. Liu, *Antioxidant effectiveness generated by one or two phenolic hydroxyl groups in coumarin-substituted dihydropyrazoles*. *Eur. J. Med. Chem.* **2013**, 68, 385–393. <http://dx.doi.org/10.1016/j.ejmech.2013.06.059>
- [3] L. F. Tietze, T. Eicher, *Reaktionen und Synthesen im organisch-chemischen Praktikum und Forschungslaboratorium*, Georg Thieme Verlag, Stuttgart, **1991**, 411. ISBN 3-13-612302-6.
- [4] B. Lorges, *The manufacture of benzyl alcohol and of benzaldehyde*, *Revue de Chimie Industrielle et le Moniteur Scientifique de Quesneville Reunis (Paris)*, **1925**, 34, 10-3, 50-3.
- [5] K. Critchley et al, *A Mild Photoactivated Hydrophilic/Hydrophobic Switch*, *Langmuir*, **2005**, 21, 4554–4561. <http://dx.doi.org/10.1021/la046851s>

3. Durchführung



In einen Rundkolben wurden 15,3 g (100 mmol; 1,00 eq) Vanillin, 6,95 g (50,3 mmol; 0,502 eq) K₂CO₃ und 12,7 g (100 mmol; 1,00 eq) BnCl (vorher destilliert: 58 °C, 12 mbar) eingewogen sowie 80 mL EtOH (vorher absolutiert: 77 °C, 1007 mbar) hinzugegeben. Die Reaktionsmischung wurde unter Rühren und Rückflusskühlung 4 h erhitzt bis die Gasentwicklung (Blasenzähler) abgeklungen war. Da das Chromatogramm (CH₂Cl₂ auf F₂₅₄-Kieselgel) noch Edukt in der Reaktionsmischung anzeigte, wurde noch einmal für 15 h bei Raumtemperatur gerührt. Dann wurde das Lösungsmittel bei vermindertem Druck

entfernt, der Rückstand 30 min unter Rühren mit $0,50 \text{ mol L}^{-1}$ NaOH (1,40 g in 70 mL H_2O) behandelt, anschließend filtriert, mit H_2O neutral gewaschen, aus EtOH umkristalliert und für 18 h über Trockenperlen getrocknet. Ausbeute: 14,982 g (62 %) gelbliches Pulver.

4. Analytische Daten

Schmelzpunkt (EtOH): $60^\circ\text{C} \dots 61^\circ\text{C}$

Literatur:^[5] $61^\circ\text{C} \dots 62^\circ\text{C}$

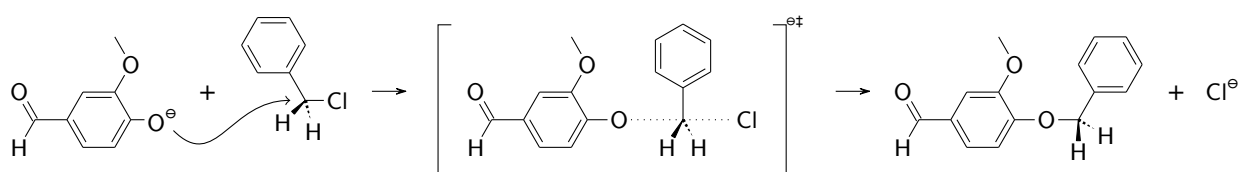
R_f (CH_2Cl_2 auf F_{254} -Kieselgel): 0,50

5. Fehlerbetrachtung

Eine Konkurrenzreaktion ist die Hydrolyse von BnCl durch Spuren von H_2O , die unter den Bedingungen eine ähnlich schnelle Reaktion mit BnCl zeigen.^[4]

6. Reaktionsmechanismus

Es handelt sich um nucleophile Substitution mit Kinetik zweiter Ordnung ($\text{S}_{\text{N}}2$). Die Reaktion läuft konzertiert ab; im Übergangszustand liegt das zentrale C-Atom sp^2 -hybridisiert vor:



7. Recycling und Entsorgung

Filterpapiere wurden in die kontaminierten Feststoffabfälle gegeben. Die alkalische Waschflüssigkeit wurde mit HCl neutralisiert und dann in den organischen Abfall entsorgt. Andere Lösungen wurden direkt in den organischen Abfall gegeben.

8. Anlagen

- Kopie der Originalvorschrift
- Kopie des Syntheseprotokolls
- Kopie des Laborjournals