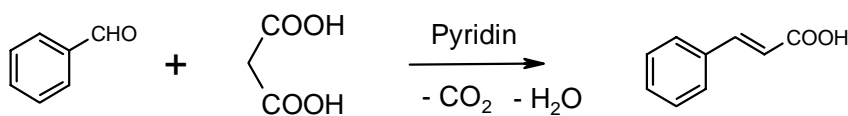


Knoevenagel-Kondensation: **Zimtsäure**

Macroscale



Rk. in der
Hitze

Decarbox.

Chemikalien:

Durchführung der Reaktion:

In einen 100 ml Erlenmeyerkolben werden 8 g Kaliumcarbonat, 20 ml Wasser und 5 ml Benzaldehyd (muss nicht frisch destilliert sein) gegeben und danach die Mischung kräftig gerührt. Die Mischung wird dann in einen kleinen Scheidetrichter überführt und über einen Zeitraum von 30 min stehen gelassen. Die Benzaldehyd-Phase sollte danach klar sein (diese Vorgehensweise entfernt eventuell vorhandene Benzoesäure).

Während dessen werden in einem 100 ml Spitzkolben mit Rührfisch 3.1 g (30 mmol) Malonsäure in 5 ml Pyridin durch Erwärmen im Wasserbad gelöst. Anschließend werden mit einer Meßpipette 3.0 ml (30 mmol) des zuvor gereinigten Benzaldehyds zugegeben. Die so erhaltene Reaktionsmischung wird mit 10 Tropfen Piperidin versetzt und im Wasserbad auf über 90 °C erhitzt. Bei der Reaktion wird CO₂ freigesetzt; sie ist beendet, wenn fast keine Gasentwicklung mehr beobachtet werden kann (ca. 30 min).

Isolierung, Reinigung

Es wird dann 2 M Salzsäure zugegeben, bis das Volumen der Reaktionsmischung 50 ml entspricht, und dann der entstandene Feststoff abgesaugt. Das so erhaltene Rohprodukt wird mit 20 ml 2 M Salzsäure, dann mit 20 ml Wasser gewaschen, durch Durchsaugen von Luft getrocknet und zum Schluß noch mit 20 ml Pentan gewaschen. Das Produkt wird dann im Rundkolben unter Vakuum bei erhöhter Temperatur (ca. 60 °C) bis zur Gewichtskonstanz getrocknet. Man bestimmt Ausbeute und Schmelzpunkt des Produktes.

Literaturausbeute: ca. 48 % der Theorie (darf auch mehr sein)

Lit.-Smp.: 130 - 133 °C