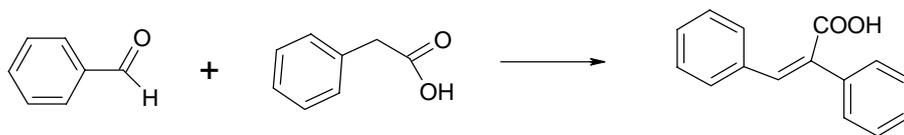


Perkin Reaktion: α -Phenylzimtsäure

Microscale



Rk. in der
Hitze

Umkristall.

Chemikalien:

Benzaldehyd: 0.30 ml

Acetanhydrid: 0.2 ml

Phenyllessigsäure: 250 mg

Triethylamin: 0.2 ml

Durchführung der Reaktion:

In ein 5 ml Reaktionsrohr werden 250 mg Phenyllessigsäure, 0.30 ml Benzaldehyd, 0.20 ml Triethylamin und 0.20 ml Acetanhydrid gegeben. Man gibt einen Siedestein zu, setzt den Luftkühler auf und erhitzt das Reaktionsgemisch 35 Minuten lang im Sandbad am Rückfluss. Danach lässt man die gelbe Schmelze abkühlen, fügt 0.40 ml konz. Salzsäure zu und vermischt gut, wobei man eine Paste erhält.

Isolierung, Reinigung

Zum Reaktionsgemisch fügt man 2.5 ml Ether zu, erwärmt, um den Feststoff zu lösen, trennt die Etherphase ab und wäscht sie zwei mal mit Wasser. Die Etherphase wird dann fünf mal mit 2 ml Portionen einer 0.5N Kalilauge extrahiert. Die zurückbleibende dunkle Etherphase wird verworfen, die vereinigten farblosen Laugenextrakte werden mit 0.40 ml Eisessig auf pH 6 gebracht, wobei die (E)-Phenylzimtsäure ausfällt. Diese wird abgesaugt und mit wenig Wasser nachgewaschen. Das Filtrat wird aufbewahrt, die (E)-Phenylzimtsäure getrocknet, Rohausbeute und Rohschmelzpunkt bestimmt. Anschließend wird zu ca. 50 mg des Rohprodukts 1.0 ml MTBE und 1.2 ml Pentan zugefügt und in der Wärme alles gelöst. Beim Abkühlen erhält man seidige Nadeln.

Das wässrige Filtrat (pH 6) wird mit 0.50 ml konz. Salzsäure angesäuert, wobei eine Emulsion entsteht, die im Verlauf von ca. 30 Minuten Kristalle der (Z)-Phenylzimtsäure bildet. Diese werden abgesaugt und getrocknet, die Ausbeute und der Schmelzpunkt bestimmt.

Literaturausbeute an Rohprodukten: 290 mg (E)- + 30 mg (Z)-Produkt

Lit.-Smp.: 173-174 °C (E)-Produkt, 136-137 °C (Z)-Produkt