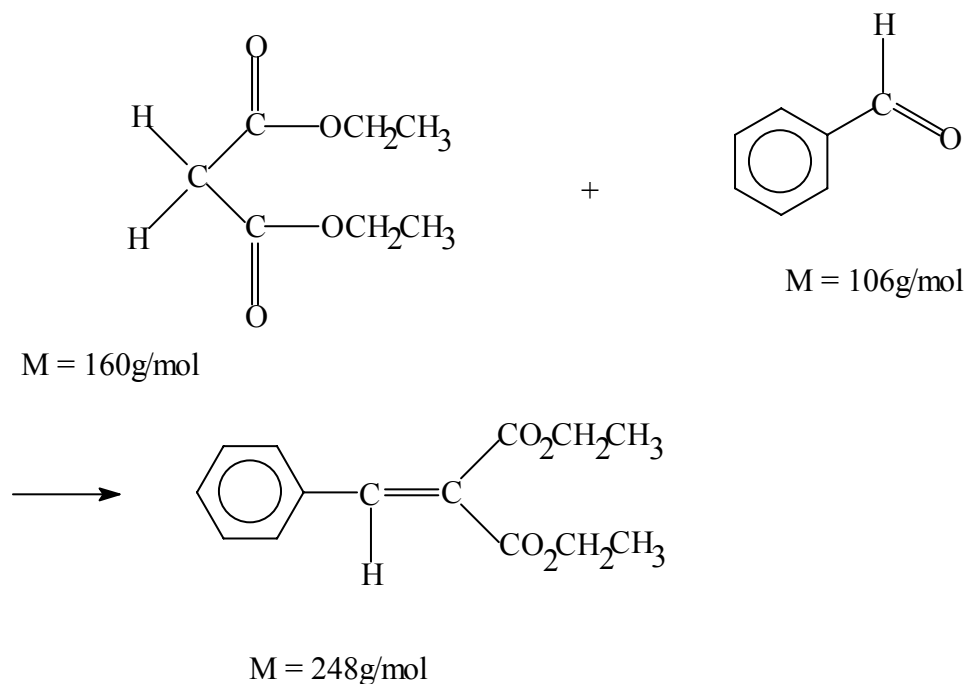


Darstellung von Benzylidenmalonsäurediethylester

Reaktion:



Ansatz:

- 4,6g Malonester (29mmol)
- 3,1g Benzaldehyd (29mmol)
- 0,1g Katalysator Piperidin (1,2mmol)
- 0,35g Eisessig (5,8mmol)
- 8,7ml Toluol (= 6,96g = 75,54mmol)

Versuchsdurchführung:

Die 4,6g Malonester wurden zu 8,7ml Toluol und 0,35g Eisessig in einen 250-ml-Rundkolben mit Wasserabscheider und Rückflußkühler gegeben. Dann wurden 3,1g Benzaldehyd und 0,1g vom Katalysator Piperidin zugefügt. Die Wasserkondensation wurde über nacht laufen gelassen.

Dann wurden etwa 50ml halbgesättigte NaCl-Lösung angesetzt, um damit Piperidin aus Toluol herauszuwaschen. Es wurde viermal ausgeschüttelt. Dann wurde 20 Minuten über $MgSO_4$ getrocknet, abfiltriert und das Lösungsmittel am Rotationsverdampfer abdestilliert. Die Reinigung erfolgte durch Vakuumdestillation.

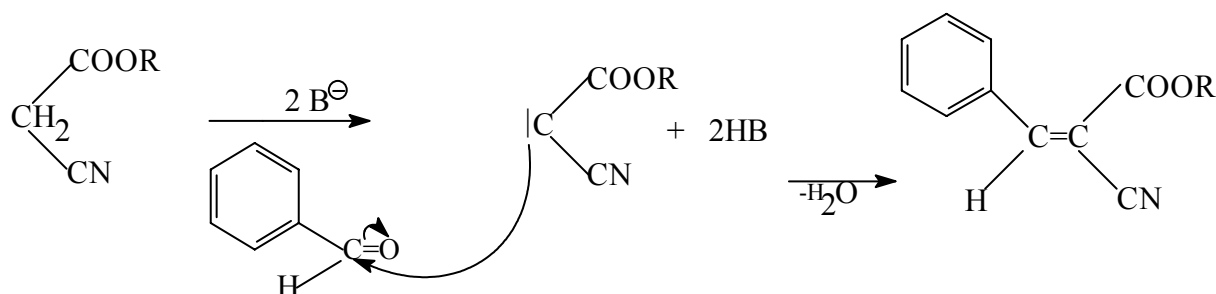
Auswertung:

Ausbeute: 3,5g (14,11mmol) $\cong$ 24,5% (Lit.[1]: 70%)
Kp.: 145°C; 2,1mbar, (Lit.[1]:186°C;18mbar)
 n_D^{20} : 1,5339 ; (Lit.[1]: 1,5347)

IR: $\nu = 2800 - 3000 \text{ cm}^{-1}$ (-C-H-Valenz; s-m, $-\text{CH}_3$ -Valenz; s-m, $-\text{CH}_2$ -Valenz; w),
 $1735 - 1780 \text{ cm}^{-1}$ (-C=O-Valenz; s), $1630 - 1675 \text{ cm}^{-1}$ (-C=C-Valenz; m), $1400 - 1470 \text{ cm}^{-1}$ ($-\text{CH}_3$ - und $-\text{CH}_2$ - Deform.; s-m), $1020 - 1300 \text{ cm}^{-1}$ (-C-O-C-Valenz; m-s , Ester), $710 - 730 \text{ cm}^{-1}$ (=C-H-Deform., monosubst. Benzene, 2 Banden; s)

Reaktionsmechanismus: Knoevenagel – Kondensation

Bei der Knoevenagel – Kondensation handelt es sich um einen Spezialfall der Aldolkondensation, da die Methylenkomponenten eine besonders hohe C-H-Aciditt aufweisen. Durch Zugabe einer katalytischen Menge einer schwachen Amin-Base wird aus der β -Dicarbonylverbindung das entsprechende Anion gebildet, welches nun die Carbonylverbindung nucleophil angreift.



Literatur:

- [1] Autorenkollektiv Organikum, Wiley-VCH-Verlag, Weinheim, 1999, 20. Auflage S.93-95, 501f
- [2] K. Peter C. Vollhardt, Neil E. Schore, Organische Chemie, VCH-Verlag, Weinheim, 1995, 2. Auflage S. 1054