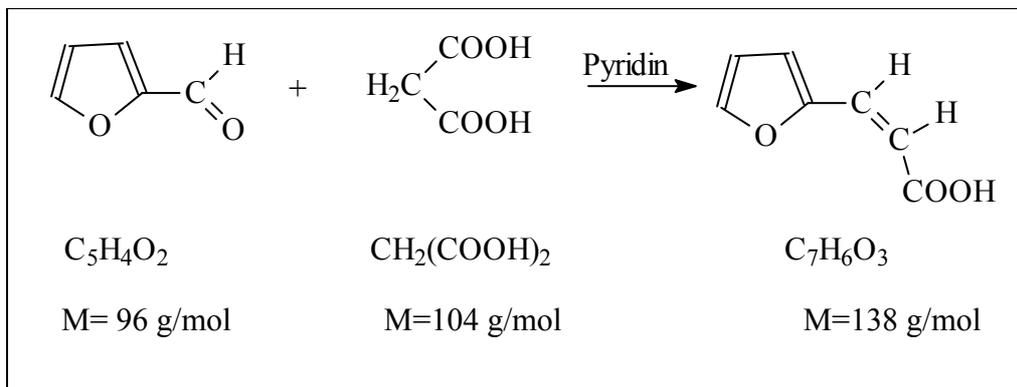


Darstellung von Furylacrylsäure

Präparat 7

1. Reaktionstyp: Knoevenagel-Reaktion

2. Reaktionsgleichung:



3. Durchführung der Reaktion:

3.1. Berechnung des Ansatzes:

Es soll 10 g Furylacrylsäure hergestellt werden.

	Furfural	Malonsäure	Pyridin	Furylacrylsäure
Literatur	48 g (0,5 mol)	52 g (0,5 mol)	24 ml (0,31 mol)	63 g (0,46 mol)
Ansatz	7,63 g (80 mmol)	8,27 g (80 mmol)	3,8 ml (49 mmol)	10 g (72 mmol)

3.2. Durchführung:

7, 63 g Furfural, 8,27 g Malonsäure und 3,8 ml Pyridin wurden in einen 100 ml- Rundkolben gefüllt und dann zwei Stunden unter Rückfluss gekocht. Nach Abkühlen wurde mit 8 ml Wasser verdünnt und die Säure durch Zugabe von konzentrierter Ammoniaklösung wieder in Lösung gebracht. Es wurde filtriert und der Filter mit ein wenig Wasser gewaschen. Nach Hinzufügen von halbkonzentrierter HCl fiel die Säure wieder aus. Der Kolben wurde eine Stunde lang im Eisbad gekühlt und die Säure anschließend abfiltriert und getrocknet.

4. Physikalische Daten des Produktes:

Schmelzpunkt:

Messwert: 138°C

Literaturwert^[1]: 139-140 °C

Ausbeute:

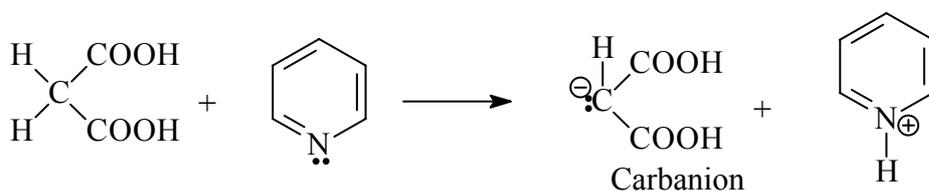
Es wurde 8,2 g Furylacrylsäure (75%) gewonnen; Literatúrausbeute: 91%.

5. Auswertung des IR-Spektrums (wichtige Banden):

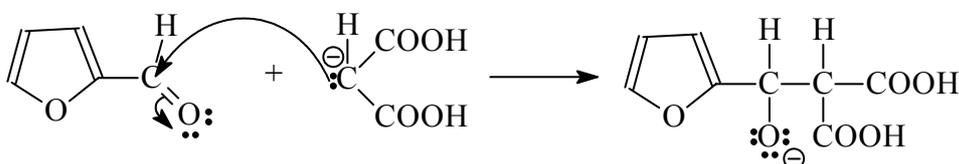
Messwerte (siehe beiliegendes Spektrum)	Literaturwerte ^[2]	
Wellenzahl in cm ⁻¹		Schwingungstyp
3200...2400 m, sb	3200...2400 m, sb	O-H-Valenz
1685 s	1705 s	C=O-Valenz
1610 s	1620 s	aromatische Ringschwingung
1215 s	1220 s	C-O-C-Valenz

6. Mechanismus:

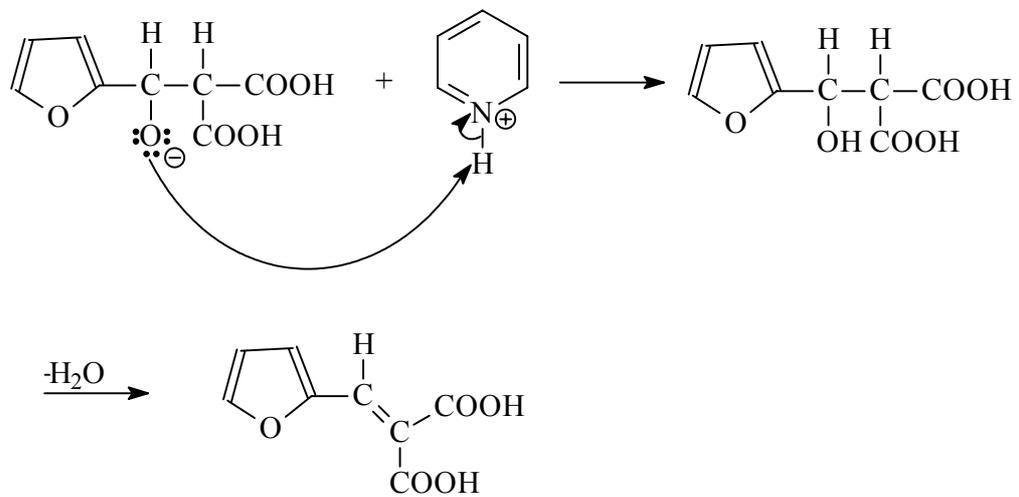
Malonsäure ist eine CH-azide Verbindung, von der im ersten Schritt der Reaktion durch die Base Pyridin am α -C-Atom ein Proton abgespalten wird. Es entsteht ein Carbanion.



Dieses Carbanion addiert sich im nächsten Schritt nucleophil an das positiviertete C-Atom der Carbonylgruppe im Furfural.



Nach Protonierung durch das im ersten Schritt gebildete Pyridinium-Ion wird H_2O abgespalten.



Schließlich decarboxyliert das Produkt der Knoevenagelkondensation und es entsteht Furfylacrylsäure.

Literatur:

- [1] Vogel's Textbook of practical organic chemistry
Longman London and New York
1978

- [2] Sadtler
Research Laboratories
IR 21803