

Schulversuch-Protokoll

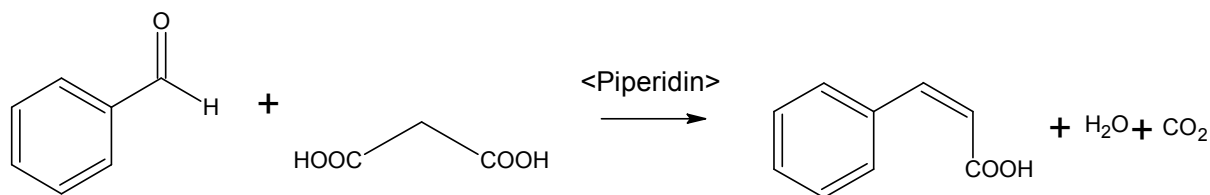
26.12.2007

Jan gr. Austing

1) **Versuchsbezeichnung:**

Darstellung von Zimtsäure

2) **Reaktionsgleichung:**



3) **Chemikalien:**

Stoffbezeichnung	Smp./Sdp. [°C]	Gefahren- symbole	R- und S- Sätze	Menge
Benzaldehyd		Xn	R: 22 S: 24	
Malonsäure		Xn	R: 22-36 S: 22-24	
Piperidin		F, T	R: 11-23/24-34 S: 16-26-27-45	
Diethylether		F+, Xn	R: 12-19-22-66-67 S: 9-16-29-33	
konz. Salzsäure		C	R: 34-37 S: 26-36/37/39-45	
Natriumhydroxid		C	R: 35	

			S: 26-36/37/39- 45	
--	--	--	-----------------------	--

4) Geräte:

- Erlenmeyerkolben (50 mL)
- Kristallisierschale (als Wasserbad)
- Magnetrührer mit Rührfisch
- Scheidetrichter (250 mL)

5) Versuchsskizze/Foto(s):



Reaktionsgemisch nach dem Kochen



Ausbeute nach Ausschütteln

6) Versuchsdurchführung/ Beobachtungen:

Man gibt in den Erlenmeyerkolben 2 g Malonsäure, 2 mL Benzaldehyd und als Katalysator 1 mL Piperidin. Man erhitzt die Mischung unter Rühren im siedenden Wasserbad.

Anschließend wird das Reaktionsgemisch mit 30 mL einer 50%igen Natronlauge geschüttelt, sodass eine Emulsion entsteht. Diese wiederum schüttelt man im Scheidetrichter mit Ether, die organische Phase wird anschließend verworfen. Die andere Phase wird nun mit konz.

Salzsäure angesäuert, die Zimtsäure sollte nun in glänzenden Blättchen ausfallen. Bei mir hat sich allerdings schon nach Zugabe der Natronlauge nicht alles gelöst, sodass dieser Bodensatz auch beim Ausschütteln immer vorhanden war, und dementsprechend nach Ansäuern nichts mehr ausfallen musste/konnte. Zur Abtrennung der Zimtsäure wurde anschließend filtriert,

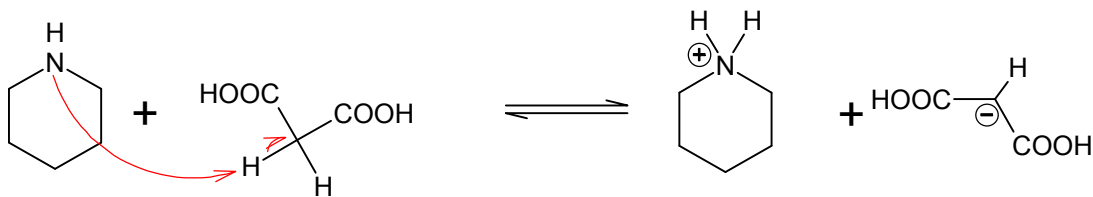
der Rückstand hatte einen aromatischen Geruch, der jedoch nicht dem des Benzaldehyds (Geruch nach Marzipan) glich.

7) Entsorgung:

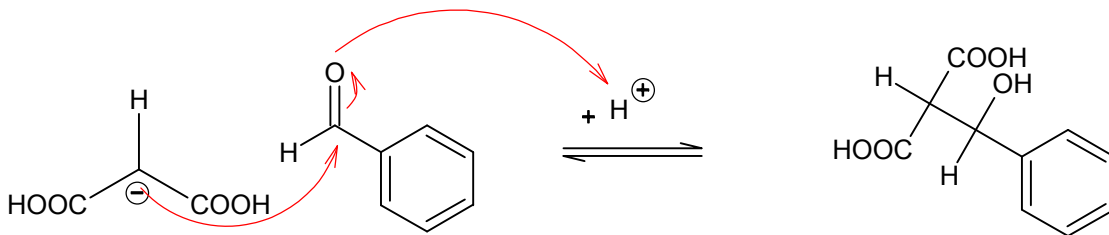
Die Lösungen werden neutral als organische Lösungsmittelabfälle entsorgt.

8) Auswertung der Versuchsergebnisse (fachlich):

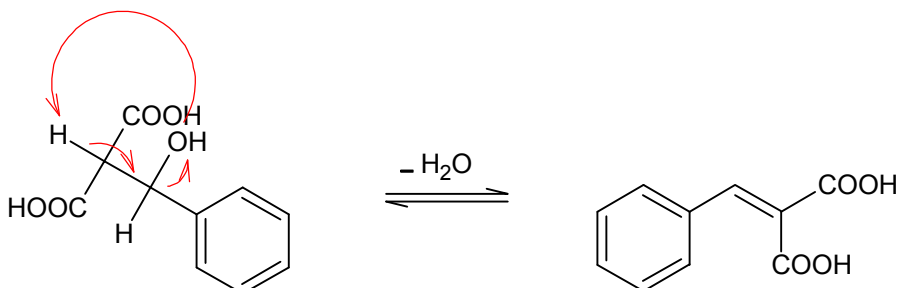
Die ablaufende Reaktion kennt man auch unter dem Namen Knoevenagel-Doebner-Reaktion. Zunächst wird der Carbonsäure ein C-H-acider Wasserstoff abstrahiert, hierfür benötigt man den Katalysator Piperidin (allgemein: ein Amin):



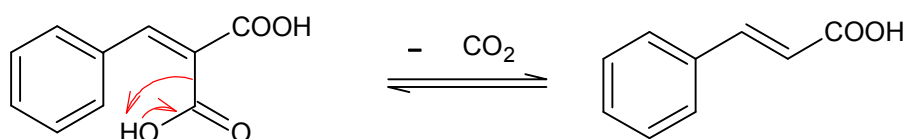
Das Carbanion greift nun das Benzaldehyd (allgemein: Aldehyd oder Keton) an:



Nun wird Wasser eliminiert:



Abschließend entsteht das Endprodukt durch Abspaltung von Kohlenstoffdioxid:



Aber kann aber ebenso das Z-Isomer entstehen.

9) Methodisch-didaktische Analyse:

Für die Vorbereitung sollte man 5 min einplanen, für die Durchführung 30 min, für die Nachbereitung 5 min. Bis auf evtl. Piperidin sollten die Chemikalien in einer Schule zu finden sein, ebenso die Geräte.

An dem schwach aromatischen Geruch ist zu erkennen, dass ein neuer Stoff entstanden ist, der Versuch hat bei mir funktioniert, wobei daraus keine allgemeingültige Aussage zu machen ist.

Im Nachhinein betrachtet eignet sich der Versuch nur bedingt für die Schule, der zugrunde liegende Mechanismus ist schon recht speziell und nicht schulrelevant. Nur der Bezug zur Praxis ist ein Argument, warum man den Versuch in der Schule machen könnte, wobei für einen typischen Zimtgeruch die Reduktion zum Zimtaldehyd noch durchzuführen wäre.

Aufgrund des Umgangs mit Piperidin (T) ist der Versuch nicht als Schülerversuch geeignet.

10) Literatur:

- Script zum Lehramtspraktikum der Technischen Universität Darmstadt, WS 04, S. 70
- Römpp Chemie Lexikon, 9. Auflage, auf CD-ROM: Version 1,0, Thieme Verlag, 1995
- www.organische-chemie.ch, Stichwort: Doebner