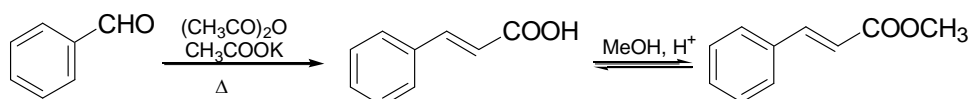


## KWAS (*E*)-CYNAMONOWY i (*E*)-CYNAMONIAN METYLU

**Cel zadania.** Poznanie tworzenia wiązania węgiel–węgiel przez kondensację aromatycznych aldehydów z pochodnymi kwasu octowego (reakcja Perkina). Interpretacja widm IR,  $^1\text{H}$ ,  $^{13}\text{C}$  NMR i MS. Preparatyka w małej skali.



### KWAS (*E*)-CYNAMONOWY

#### Odczynniki

Aldehyd benzoesowy	1,5 ml (15 mmoli)
Octan potasu bezw.	0,90 g (11 mmoli)
Bezwodnik kwasu octowego	2,1 ml (22 mmoli)
Eter dietylowy	15 ml
Węglan sodu	
Kwas solny, roztwór 6 M	

#### Aparatura

Kolba okrągłodenna 50 ml
Zlewka o poj. 100 ml
Chłodnica zwrotna
Mieszadło magnetyczne
Płaszcz grzejny

#### Wykonanie

W kolbie okrągłodennej o poj. 50 ml zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną umieszcza się aldehyd benzoesowy (1,5 ml, 15 mmoli), bezwodny octan potasu (0,90 g, 11 mmoli) i bezwodnik kwasu octowego (2,1 ml, 22 mmole). Mieszając ogrzewa się w temperaturze wrzenia przez 1,5 godz. Lekko ochłodzoną mieszaninę reakcyjną (nie dopuszczać do zestalenia) wylewa się do zlewki o poj. 100 ml zawierającej 50 ml zimnej wody i dodaje nasycony roztwór węglanu sodu (pH 8–10). Mieszaninę przenosi się do rozdzielacza i ekstrahuje nieprzereagowany aldehyd benzoesowy eterem dietylowym (2 x 7,5 ml). Warstwę wodną umieszcza się w zlewce o poj. 250 ml, zakwasza 6 M kwasem solnym do pH 2 i chłodzi wodą. Wytrącony osad kwasu odsącza się i suszy. Surowy produkt krystalizuje się z mieszaniny metanol-woda; otrzymuje się około 1,25 g, t.t. 133–134 °C.

#### Analiza

Wykonanie widma IR (nujol). Interpretacja widm  $^1\text{H}$ ,  $^{13}\text{C}$  NMR i MS.

## (E)-CYNAMONIAN METYLU

### Odczynniki

Kwas (E)-cynamonowy  
Metanol  
Kwas siarkowy stęż.  
Eter dietylowy  
Siarczan magnezu bezw.  
Wodorowęglan sodu  
Chlorek sodu  
Metanol

400 mg (2,6 mmoli)  
6 ml (148 mmoli)  
5 kropli  
30 ml  
  
  
  
5 ml

### Aparatura

Kolba okrągłodenna 50 ml  
Chłodnica zwrotna  
Mieszadło magnetyczne  
Pipetki Pasteura  
Probówki z korkiem

### Wykonanie

W kolbie okrągłodennej o poj. 50 ml zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną umieszcza się kwas (E)-cynamonowy (400 mg, 2,6 mmoli), metanol (6 ml, 148 mmoli) oraz 5 kropli stęż. kwasu siarkowego i ogrzewa się w temperaturze wrzenia przez 1 godz. Po ochłodzeniu przenosi się do rozdzielacza, dodaje 5% roztwór wodorowęglanu sodu (6 ml) w 15% roztworze chlorku sodu i wytrząsa do zakończenia wydzielania dwutlenku węgla. Kolbę reakcyjną przepłukuje się eterem dietylowym (2 x 10 ml) i łączy z cieczą w rozdzielaczu. Wytrząsa się energicznie i odstawia do rozdzielania warstw. Po rozdzieleniu do warstwy wodnej dodaje się stałego chlorku sodu (1 g) i ponownie ekstrahuje eterem dietylowym (10 ml). Połączone ekstrakty eterowe suszy się bezw. siarczanem magnezu i dekantuje do kolbki o poj. 50 ml. Eter usuwa się na wyparce obrotowej, a produkt krystalizuje się z mieszaniny metanol-woda; otrzymuje się około 260 mg, t.t. 36-38 °C.

### Analiza

Wykonanie widma IR (nujol). Interpretacja widm  $^1\text{H}$  i  $^{13}\text{C}$  NMR.

### Literatura

- 1) J. March, *Chemia Organiczna*, WNT, Warszawa, 1975, s. 609.
- 2) *The Merck Index*, 13<sup>th</sup> ed., Merck & Co. Inc., Whitehouse Station, NY, 2001, s. ONR-80.

#### **BHP**

**Bezwodnik kwasu octowego** jest drażniący dla oczu, skóry i układu oddechowego.  
Powoduje oparzenia.

**Aldehyd benzoesowy** – drażniący dla oczu i układu oddechowego; może powodować uczulenia.

**Eter dietylowy** – bardzo łatwopalny.

**Metanol** – łatwopalny, bardzo toksyczny przy wdychaniu i spożyciu. Unikać kontaktu ze skórą.

**Kwas siarkowy** – silnie żrący, powoduje oparzenia.

**Opracował:** dr Andrzej Prewysz-Kwinto