

Darstellung von 5-(2-Hydroxyethyl)-4-methyl-3-benzyl-thiazoliumchlorid

Chemikalien

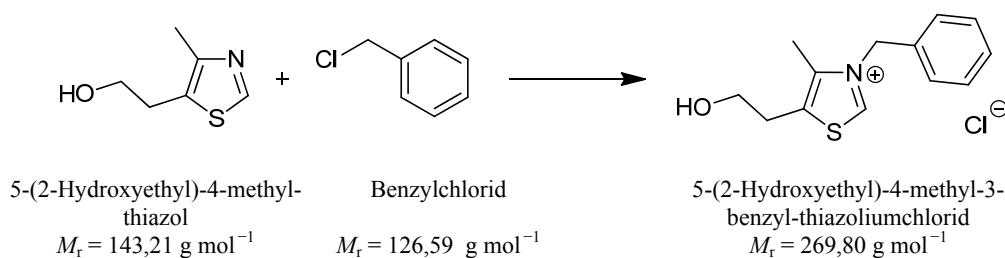
Tab. 1 Chemikalien. – Edukte und Hilfsstoffe.

8,6 g (0,060 mol) 5-(2-Hydroxyethyl)-4-methyl-thiazol	R: 36/37/38 S: 26, 36 F: 13 [137-00-8]	$Kp=272-273\text{ }^{\circ}\text{C}$ $d_4^{20}=1,199\text{ g mL}^{-1}$ $n_D^{20}=1,550$ $M_r=143,21\text{ g mol}^{-1}$
7,6 g (0,060 mol) Benzylchlorid	R: 22, 23, 37/38, 40, 41 S: 36/37/39, 45 F: 8, 19 [100-44-7]	$Kp=65-67\text{ }^{\circ}\text{C}$ $d_4^{20}=1,100\text{ g mL}^{-1}$ $n_D^{20}=1,539$ $M_r=126,59\text{ g mol}^{-1}$
Acetonitril	R: 11, 23/24/25 S: 16, 27, 45 F: 1, 10 [75-05-8]	$Kp=81-82\text{ }^{\circ}\text{C}$ $d_4^{20}=0,782\text{ g mL}^{-1}$ $n_D^{20}=1,344$ $M_r=41,05\text{ g mol}^{-1}$

Tab. 2 Chemikalien. – Produkt.

5-(2-Hydroxyethyl)-4-methyl-3-benzyl-thiazoliumchlorid	R: – S: – F: –	$Fp=140-141\text{ }^{\circ}\text{C}$ $M_r=269,80\text{ g mol}^{-1}$
--------------------------------------------------------	----------------------	----------------------------------------------------------------------------

Reaktionsgleichung



Reaktionsmechanismus

Die Benzylieung des Thiazol-Derivates kann als nucleophile Substitution am primären Kohlenstoffatom des Benzylchlorids gemäß einer S_N2 -Reaktion aufgefasst werden: Das freie Elektronenpaar am Stickstoffatom des Thiazol-Derivates **1** greift nucleophil am primären Kohlenstoffatom des Benzylchlorids **2** an. Dieser Angriff ist sterisch sowohl durch den Phenylring des Benzylchlorids als auch durch den Thiazol-Ring gehemmt (die Geschwindigkeit vermindender, sterischer Substituenten-Effekt), was eine hohe Reaktionstemperatur zur Überwindung der Aktivierungsbarriere erforderlich macht. Der planare Übergangszustand **3** ist aufgrund von π -p-Wechselwirkungen, in Abbildung 1 durch Orbitale angedeutet, stabilisiert (die Geschwindigkeit erhöhender, elektronischer Substituenten-Effekt durch konjugative Stabilisierung). Nach Austreten des Chlorid-Ions liegt das Produkt **4** vor.

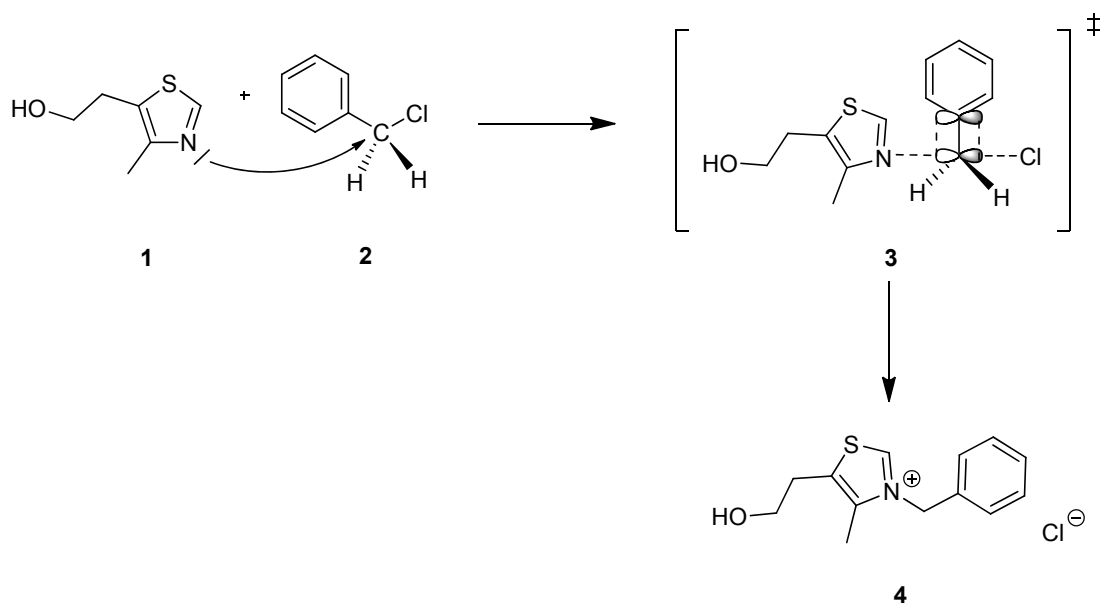


Abb. 1 Reaktionsmechanismus. – Nucleophile Substitution gemäß S_N2 .

Das Thiazol-Derivat kann als tertiäres Amin aufgefasst werden, welches aufgrund der Basizität des Stickstoffatoms ein gutes Nucleophil ist. Das Chlorid-Ion ist eine gute Abgangsgruppe, so dass eine Rückreaktion insgesamt sehr unwahrscheinlich ist. Des Weiteren wird die Triebkraft der Reaktion durch die gute Löslichkeit des ionischen Produktes in dem polaren Lösemittel Acetonitril ($\epsilon=37,5$) erhöht.

Versuchsdurchführung

In einem 100 mL-Rundkolben mit Rückflusskühler wurden 8,6 g (0,060 mol, 1,0 eq.) 5-(2-Hydroxyethyl)-4-methylthiazol und 7,6 g (0,060 mol, 1,0 eq.) frisch destilliertes Benzylchlorid in 35,0 mL Acetonitril 25 h refluxiert. Anschließend wurde das Lösemittel am Rotationsverdampfer entfernt, der verbleibende feste Rückstand mit Acetonitril farblos gewaschen und bei etwa 40 Pa getrocknet.

Auswertung

Tab. 3 Auswertung. – Produktausbeute und Produkteigenschaften.

theoretische Ausbeute:	16,2 g	(0,060 mol)
Literaturausbeute [1]:	13,0 g	(0,048 mol, 80% der Theorie)
experimentelle Ausbeute:	12,4 g	(0,046 mol, 76,5% der Theorie, 95,4% der Literatur)
Literaturschmelzpunkt [1], <i>Fp</i> :	140 °C	
experimenteller Schmelzpunkt, <i>Fp</i> :	139 °C	

Literatur

[1] ausgegebene Arbeitsvorschrift.