

## 1.6.1

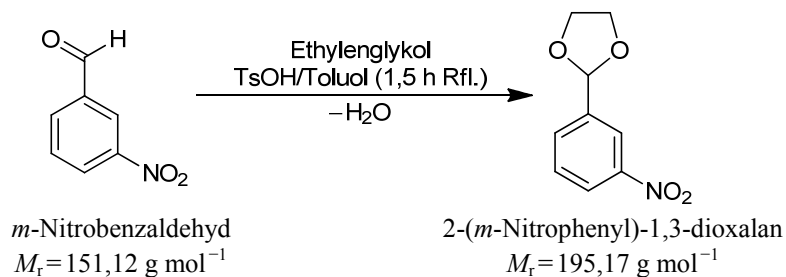
### Benutzung des Wasserabscheiders zur Synthese von 2-(*m*-Nitrophenyl)-1,3-dioxolan

#### Chemikalien

7,5 g (50 mmol) <i>m</i> -Nitrobenzaldehyd	R: 40 S: 24, 25	<i>Fp</i> = 57-59 °C
3,1 mL (55 mmol) Ethylenglykol	R: 22 S: 2	<i>Kp</i> = 198 °C
13 mg <i>p</i> -Toluolsulfonsäure-Monohydrat	R: 36, 37, 38 S: 26, 37	<i>Fp</i> = 105 °C
75 mL Toluol	R: 11, 20 S: 16, 25, 29, 33	<i>Kp</i> = 111 °C
25 mL Ethanol	R: 11 S: 7, 16	<i>Kp</i> = 78 °C

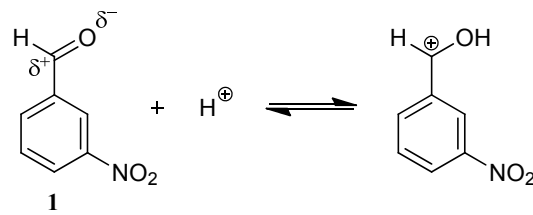
R 10:	Entzündlich
R 11:	Leichtentzündlich
R 20:	Gesundheitsschädlich beim Einatmen
R 22:	Gesundheitsschädlich beim Verschlucken
R 36:	Reizt die Augen
R 37:	Reizt die Atmungsorgane
R 38:	Reizt die Haut
R 40:	Irreversibler Schaden möglich
S 2:	Darf nicht in die Hände von Kindern gelangen
S 7:	Behälter dicht geschlossen halten
S 16:	Von Zündquellen fernhalten – Nicht rauchen
S 24:	Berührung mit der Haut vermeiden
S 25:	Berührung mit den Augen vermeiden
S 26:	Bei Berührung mit den Augen gründlich mit Wasser ausspülen und Arzt konsultieren
S 29:	Nicht in die Kanalisation gelangen lassen
S 33:	Maßnahmen gegen elektrostatische Aufladung treffen
S 37:	Geeignete Schutzhandschuhe tragen

#### Reaktionsgleichung

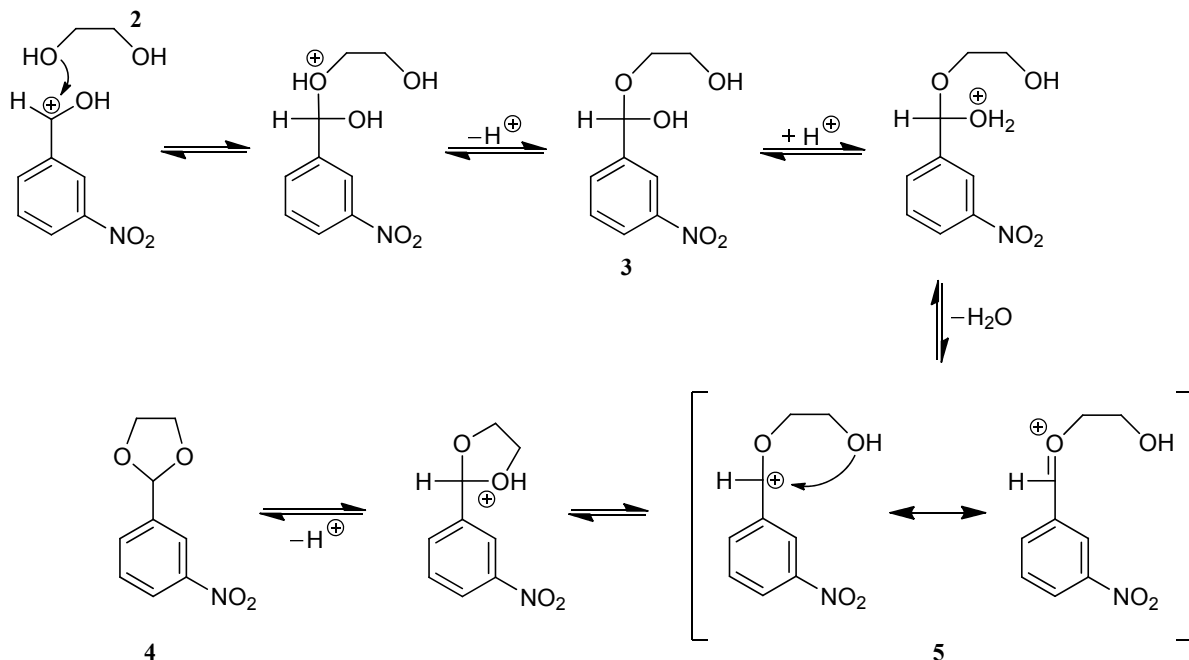


## Reaktionsmechanismus

Bei der hier durchgeführten Reaktion handelt es sich um eine Acetalisierung. Im ersten Schritt kann eine Protonierung des Aldehyds **1** angenommen werden; dies ist jedoch nicht zwingend notwendig, da aufgrund von Mesomerie das Carbonylkohlenstoffatom schon eine partielle Positivladung aufweist:



Im zweiten Schritt kann nun ein Sauerstoffatom des Ethylenglykols **2** nucleophil das entstandene Carbo-Kation angreifen. Unter Deprotonierung des angreifenden Sauerstoffes entsteht als Zwischenstufe ein Halbacetal **3**. Nach Protonierung der ursprünglich am Aldehyd vorhandenen Hydroxy-Gruppe und Wasserabspaltung entsteht ein mesomeriestabilisiertes Carboxonium-Ion **5**, welches unter Ringbildung nucleophil von der übriggebliebenen Hydroxy-Gruppe des Ethylenglykols unter Ausbildung eines Onium-Ions angegriffen wird. Nach erneuter Deprotonierung liegt das Acetal **4** vor.



## Theorie

Die Acetalisierung ist eine Gleichgewichtsreaktion, bei der das Gleichgewicht durch Entfernung des Reaktionswassers gemäß LE CHATELIER im gewünschten Sinne verschoben werden kann. Dazu wird ein Stoff zugegeben der als Wasserschlepper fungiert, also mit Wasser azeotrop siedet, jedoch in der Kälte nicht mischbar ist. Das azeotrope Gemisch, hier Toluol und Wasser, wird verdampft, kondensiert am Kühler und tropft in den Wasserabscheider, wo Wasser und Wasserschlepper als zwei Phasen getrennt vorliegen.

## Durchführung

Für diesen Versuch wurde ein Wasserabscheider für leichte Lösemittel verwendet, da Toluol leichter als Wasser ist. Unter Rühren wurden 7,5 g *m*-Nitrobenzaldehyd in 75 mL Toluol gelöst und anschließend 3,1 mL Ethylenglykol und 13 mg *p*-Toluolsulfonsäure-Monohydrat, welches als Katalysator fungiert, hinzugegeben.

Das ganze Gemisch wurde dann bis zum Sieden erhitzt und 1,5 h unter Rückfluss gekocht, im Laufe dieser Zeit färbte sich die Reaktionslösung etwas stärker gelblich. Nach dem Entfernen des Lösemittels am Rotationsverdampfer wurde der zurückgebliebene gelbliche Feststoff umkristallisiert. Dazu wurde er in der Hitze in etwas Ethanol gelöst und über Nacht bei 2 °C auskristallisiert. Am nächsten Tag wurde über dem Büchnertrichter abfiltriert, mit etwas Ethanol gewaschen und gewogen.

## Auswertung

Einwaage an <i>m</i> -Nitrobenzaldehyd:	7,50 g (50 mmol)
theoretische Ausbeute an Produkt:	9,76 g
Literaturausbeute [1]:	7,42 g (76 % der Theorie)
experimentelle Ausbeute:	6,90 g (35 mmol; 70,7 % der Theorie, 93,0 % der Literatur)
Literaturschmelzpunkt [1]:	57 °C
experimenteller Schmelzpunkt:	55 °C

## Literatur

- [1] T. Eicher, L. F. Tietze, *Organisch-chemisches Grundpraktikum*, Georg Thieme Verlag, Stuttgart, **1993**, 197.