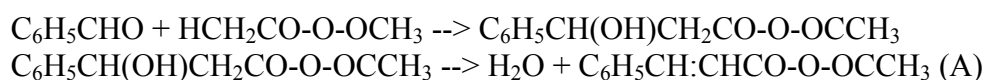


Tłumaczenie tekstu:

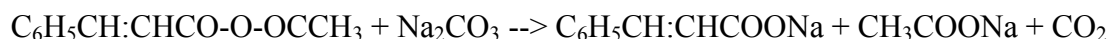
CINNAMIC ACID

Kwas cynamonowy (Reakcja Perkin'a).

Kwas cynamonowy otrzymywany jest zwykle w reakcji Perkin'a, benzaldehyd ogrzewany z octanem sodowym w obecności bezwodnika octowego. Możliwe jest, iż benzaldehyd i bezwodnik reagują pod wpływem katalitycznego wpływu octanu sodowego i produkt wtedy traci wodę by dać mono-benzylideowy bezwodnik octowy(A). Następnie:



ogrzany z roztworem węglanu sodu, przechodzi hydrolizę do cynamonianu sodu i do octanu sodu:



Mimo, iż w kwasie cynamonowym izomeria cis-trans przy podwójnym wiązaniu jest możliwa, reakcja Perkina prowadzi do powstanie tylko formy trans jako stabilnej/trwałej o temperaturze topnienia 133st. C., forma cis (znana jako kwas allo-cynamonowy) jest niestabilny i łatwo ulega przemianie w formę trans. W podstawionych związkach etylenowych, często się zdarza, że jeżeli 2 grupy złączone są do któregośkolwiek z węgli przy wiązaniu podwójnym różnią się znacznie charakterem i masą (np. w kw. cynamonowym grupa fenylowa i atom wodoru na jednym z węgli lub wodór i grupa -COOH na innym węglu), wtedy jeden z izomerów formuje się prawie całkowicie bez utworzenia drugiego z izomerów.

Wymagane:

20 ml benzaldehydu, 30 ml bezwodnika octowego, 10 g bezwodnego octanu sodowego.

Wykonanie syntezy:

20 ml (21g.) benzaldehydu (świeżo przedestylowanego, w celu usunięcia kwasu benzoesowego), 30 ml bezwodnika i 10 g dobrze rozdrobnionego, bezwodnego(*) octanu sodu umieszczamy w 100-mililitrowej kolbie okrągłodennej *zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną zamkniętą od góry z rurką zagiętą ku dołowi, zawierającą chlorek wapnia.* Następnie ogrzewać kolbę w łaźni olejowej w temperaturze 175-180 st C przez 8 godzin; mieszanina wrze energicznie pod chłodnicą a białe cząstki oddzielają się w roztworze. Póki mieszanina jest gorąca należy przelać ją do 100 ml wody zawartych w okrągłodennej kolbie

(o pojemności ok. 1 l), która uprzednio została dopasowana do <zestawu??> destylacji z parą wodną. Następnie energicznie mieszając dodawać nasycony, wodny roztwór węglanu sodu do momentu, gdy kropla roztworu pobrana bagietką zmieni czerwony papierek lakmusowy na wyraźnie niebieski. (Wodorotlenek sodu nie może być tu używany, gdyż może spowodować powstanie kwasu benzoowego w reakcji Cannizzaro z niezmienionego – w toku reakcji – benzaldehydu). Roztwór destylować w zestawie do destylacji z parą wodną do czasu nie zmieniony beznaldehyd nie zostanie usunięty a destylat przestanie być mętny. Chłodzić pozostałość roztworu do czasu, aż mała ilość nierozpuszczalnych, oleistych zanieczyszczeń utworzy półstałą gęstą masę a następnie odfiltrować przy użyciu pompki wodnej. Zakwasić klarowny filtrat przez ostrożne dodawanie stężonego kwasu chlorowodorowego przy energicznym mieszaniu aż do zaprzestania wydzielania się dwutlenku węgla i kwasu cynamonowego jest ukończone. W razie potrzeby schłodzić w mieszaninie wody z lodem, następnie odfiltrować kwas cynamonowy, dokładnie przemyć wodą i odwodnić. Rekrytalizować z mieszaniny wody i rektyfikowanego spirytusu<??> ; wydajność 18 g. Kwas cynamonowy otrzymywany jest jako bezbarwne kryształy, temperatura topnienia 133 st. C. ; posiada słaby, przyjemny zapach i jest prawie nierozpuszczalny w zimnej wodzie.

Jeżeli w powyższym przygotowaniu 8-godzinne ogrzewanie jest niewykonalne, ogrzewanie może zostać zatrzymane po około 4 godzinach, mieszanina pozostawiona do odstania (np. na noc) a ogrzewanie kontynuowane do osiągnięcia całkowitego czasu (8 godz.):w tym przypadku wydajność zazwyczaj spada do około 15 g.

* Do tych przygotowań, jest praktycznie konieczne, aby octan sodu był wolny od śladów wody. Bezwodny materiał może być przygotowany przez łagodne ogrzewanie uwodnionej soli ($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$) w wyparce pod małym płomieniem palnika Hunsen'a. Sól rozpuszcza się w jej wodzie krystalizuje... i rekrytalizuje, gdy ta woda zostanie odprowadzona: dalsze ogrzewanie powoduje topienie odwodnionego materiału. Zamieszać ciekły bezwodnik by uniknąć zwęglania.