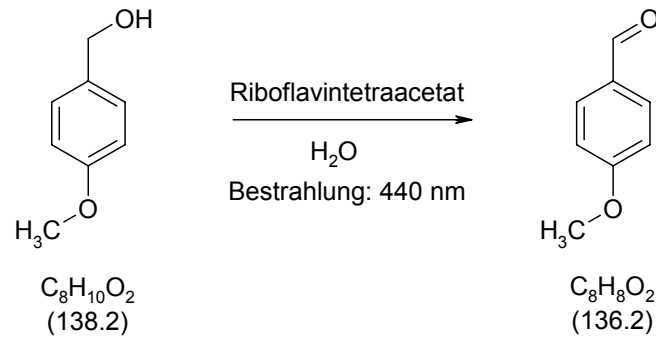


6020 Photooxidation von p-Methoxybenzylalkohol zu p-Methoxybenzaldehyd im Mikroreaktor mit Riboflavintetraacetat als Katalysator



Klassifizierung

Reaktionstypen und Stoffklassen

Photooxidation eines Alkohols zum Aldehyd
 Flavin, Benzylalkohol, Benzaldehyd

Arbeitsmethoden

Bestrahlung im Mikroreaktor

Geräte

Spritzenpumpe, 3 mL-Plastikspritze mit Kanüle, Mikroreaktor, high power LEDs, 455 nm, 6 x 3 W auf Kühlkörper (LUXEON III Star, Typ: LXHL-LR3C), 3 Reaktionsgefäße aus PP ("Eppendorf-Caps", 1.5 mL), Mikroliterpipette

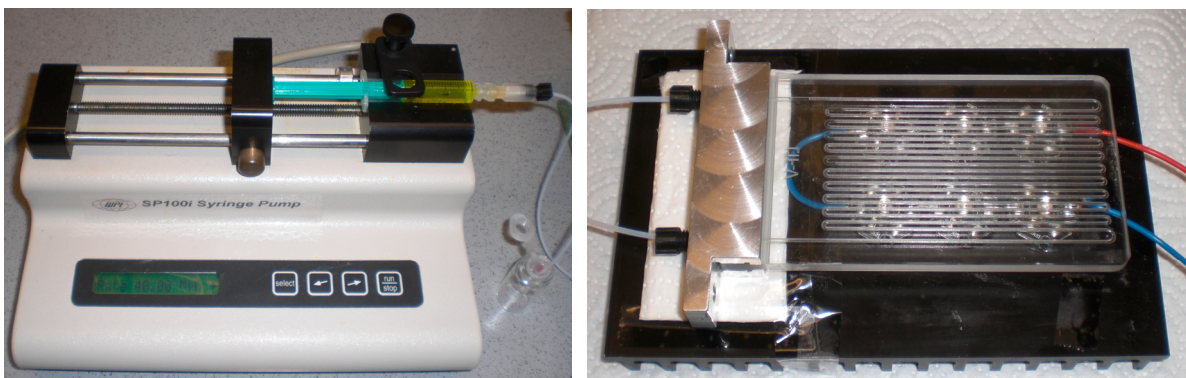


Abbildung 1: links: Spritzenpumpe mit einstellbarer Vorschubgeschwindigkeit. rechts: Mikroreaktor, der von unten durch eine Anordnung aus 6 high power LEDs (455 nm, 6 x 3 W, LUXEON III Star, Typ: LXHL-LR3C) bestrahlt werden kann.

Chemikalien

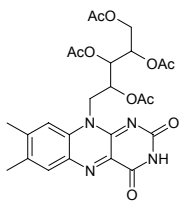
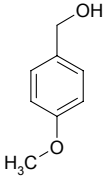
Riboflavintetraacetat (RFT), C ₂₅ H ₂₈ N ₄ O ₁₀ , MW = 544.51	5.45 mg
p-Methoxybenzylalkohol (Sdp. 259 °C), ρ = 1.11 g/mL	27.63 mg
Dimethylsulfoxid (DMSO)	10 mL
Essigsäureethylester (Sdp. 77 °C)	1 mL

Synthesevorschrift Riboflavintetraacetat aus Riboflavin: NOP Versuch 6021.

Durchführung der Reaktion**Vorbereitung der Stammlösungen (je 10 mL)**

- a) RFT-Stammlösung in DMSO: $c = 0.001 \text{ M}$
 b) p-Methoxybenzylalkohol-Stammlösung in H₂O: $c = 0.02 \text{ M}$

Pipettierschema für eine Ansatzgröße von 2.5 mL:

	 (DMSO) $c = 0.001 \text{ M}$	 (H ₂ O) $c = 0.02 \text{ M}$	H ₂ O
Benötigtes Volumen	100 μL	500 μL	1900 μL
Endkonzentration	$c = 0.04 \text{ mM}$	$c = 4 \text{ mM}$	

Die Reaktionsmischung wird in einem Schnappdeckelglas nach dem oben gezeigten Pipettierschema vorbereitet und mit geschlossenem Deckel 2 min. bei RT gerührt. Danach wird der Ansatz über eine Kanüle in eine 3 mL-Plastikspritze aufgezogen. Die Spritze wird in die Spritzenpumpe eingelegt und an den Mikroreaktor, der über den LEDs angebracht wurde, angeschlossen. Die Reaktionslösung wird nun durch den Mikroreaktor gepumpt. Durch die Bestrahlung der Lösung mit 455 nm (blaue LEDs) erfolgt die photokatalytische Oxidation von p-Methoxybenzylalkohol zu p-Methoxybenzaldehyd.

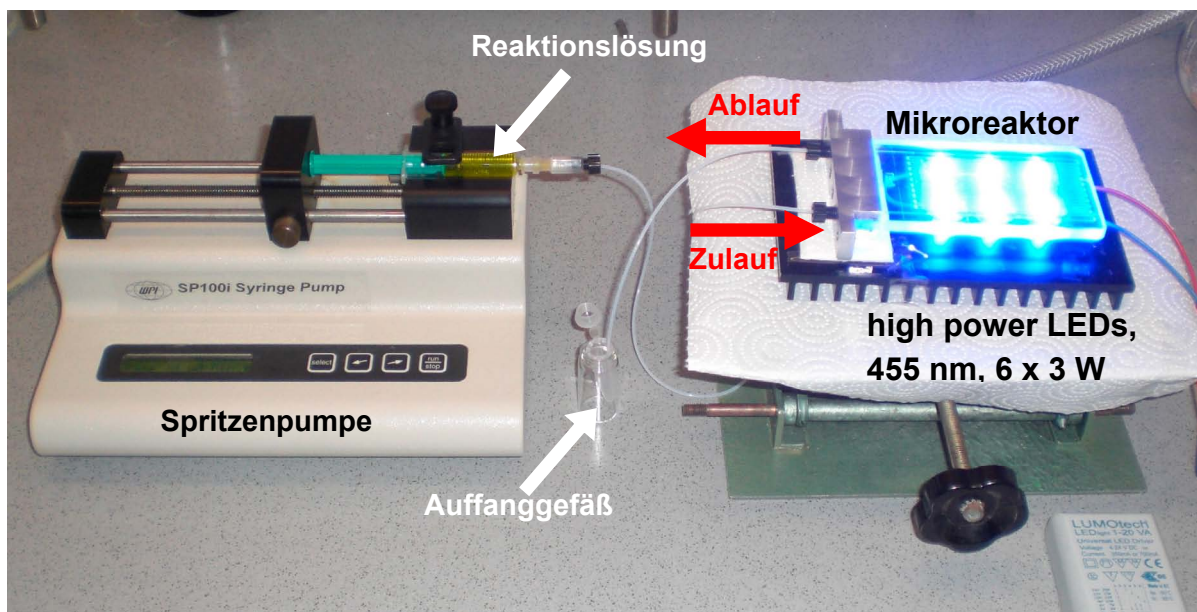


Abbildung 2: Versuchsaufbau zur Bestrahlung im Mikroreaktor.

Es werden drei Versuche mit unterschiedlichen Vorschubgeschwindigkeiten durchgeführt:

- a) 0.5 mL/h b) 5.0 mL/h c) 40.0 mL/h

Als Reaktionsprodukt werden von jeder Versuchsreihe die ersten 500 μ L der Lösung, die den Mikroreaktor verlassen, in einem Eppendorf-Cap aufgefangen.

Aufarbeitung

Die aufgefangenen Lösungen werden mit jeweils 200 μ L Essigsäureethylester versetzt und geschüttelt. Dadurch werden sowohl Edukt als auch Produkt aus der wässrigen Phase extrahiert. Der Umsatz von p-Methoxybenzylalkohol zu p-Methoxybenzaldehyd kann mittels Dünnschichtchromatographie verfolgt werden. Dazu werden aus jedem Bestrahlungsversuch gleiche Volumina aus der Essigsäureethylesterphase auf eine DC-Platte getüpfelt.

Laufmittel: Petrolether/Essigsäureethylester 1:1, ca. 10 mL

R_f -Werte: p-Methoxybenzylalkohol $R_f = 0.50$

 p-Methoxybenzaldehyd $R_f = 0.75$

Abfallbehandlung

Entsorgung

Abfall	Entsorgung
Alle Lösungen	Lösungsmittel-Wasser-Gemische, halogenfrei

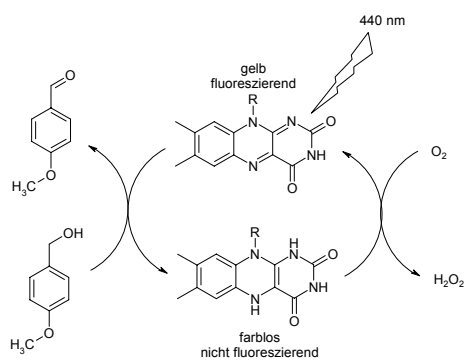
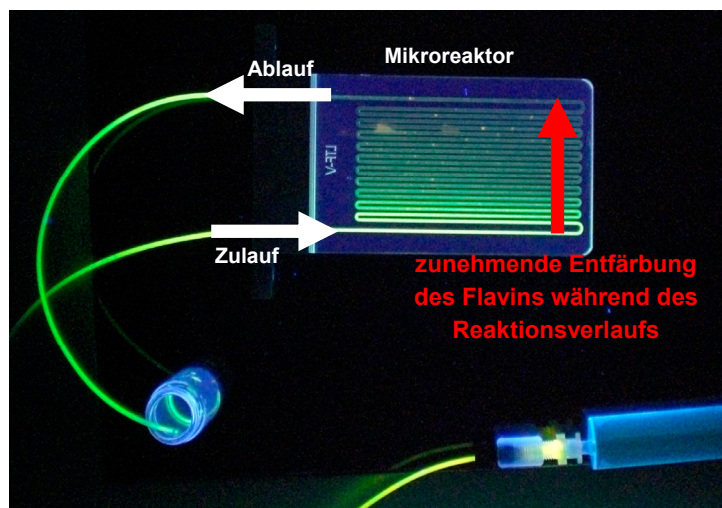


Abbildung 3: links: Mikroreaktor mit der Flavin-haltigen (1 mol%) Reaktionslösung nach einer Bestrahlungsreaktion, fotografiert unter UV-Licht. Rechts: Photokatalytischer Zyklus der Oxidation von p-Methoxybenzylalkohol zu p-Methoxybenzaldehyd mit Flavin.

Zeitbedarf

6 Stunden

Unterbrechungsmöglichkeit

Nach jedem einzelnen Bestrahlungsversuch

Schwierigkeitsgrad

Leicht