

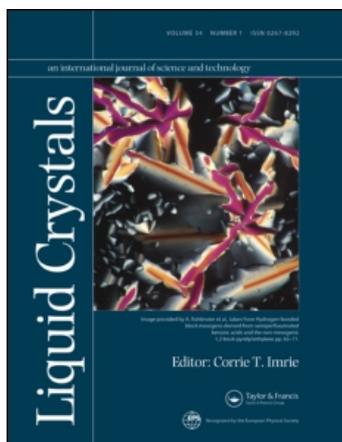
This article was downloaded by:

On: 26 January 2011

Access details: *Access Details: Free Access*

Publisher *Taylor & Francis*

Informa Ltd Registered in England and Wales Registered Number: 1072954 Registered office: Mortimer House, 37-41 Mortimer Street, London W1T 3JH, UK



## Liquid Crystals

Publication details, including instructions for authors and subscription information:

<http://www.informaworld.com/smpp/title~content=t713926090>

### Darstellung von 4-Alkyloxybenzaldehyddimethylacetalen durch anodische Methoxylierung von 4-Alkyloxytoluenen

Von H. Matschiner<sup>a</sup>; U. Fechtel<sup>a</sup>; R. Trutschel<sup>a</sup>; H. Altmann<sup>a</sup>

<sup>a</sup> Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg, Halle, G.D.R.

**To cite this Article** Matschiner, Von H. , Fechtel, U. , Trutschel, R. and Altmann, H.(1989) 'Darstellung von 4-Alkyloxybenzaldehyddimethylacetalen durch anodische Methoxylierung von 4-Alkyloxytoluenen', *Liquid Crystals*, 6: 4, 501 – 502

**To link to this Article:** DOI: 10.1080/02678298908034195

**URL:** <http://dx.doi.org/10.1080/02678298908034195>

PLEASE SCROLL DOWN FOR ARTICLE

Full terms and conditions of use: <http://www.informaworld.com/terms-and-conditions-of-access.pdf>

This article may be used for research, teaching and private study purposes. Any substantial or systematic reproduction, re-distribution, re-selling, loan or sub-licensing, systematic supply or distribution in any form to anyone is expressly forbidden.

The publisher does not give any warranty express or implied or make any representation that the contents will be complete or accurate or up to date. The accuracy of any instructions, formulae and drug doses should be independently verified with primary sources. The publisher shall not be liable for any loss, actions, claims, proceedings, demand or costs or damages whatsoever or howsoever caused arising directly or indirectly in connection with or arising out of the use of this material.

## Darstellung von 4-Alkyloxybenzaldehyddimethylacetalen durch anodische Methoxylierung von 4-Alkyloxytoluenen

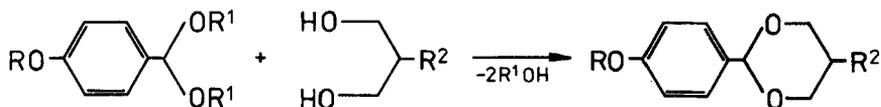
von H. MATSCHINER, U. FECHTEL, R. TRUTSCHEL und H. ALTMANN  
Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg, Sektion Chemie, DDR-4010 Halle,  
G.D.R.

(Received 4 April 1989; accepted 9 July 1989)

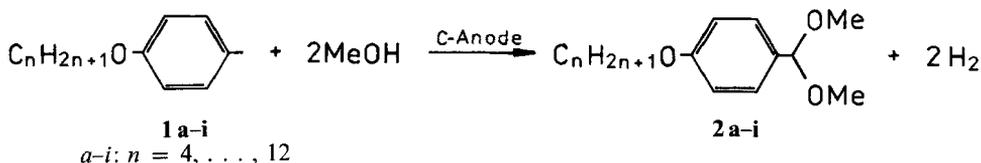
4-Alkyloxybenzaldehyddimethylacetale mit Alkyloxygruppen von C<sub>4</sub> bis C<sub>12</sub> werden aus entsprechenden 4-Alkyloxytoluenen durch anodische Methoxylierung in guten Ausbeuten dargestellt. Die Elektrolysen werden galvanostatisch in einem Elektrolytssystem aus Methanol und Kaliumfluorid an Graphitelektroden ausgeführt.

4-Alkyloxybenzaldehyde dimethyl acetals with C<sub>4</sub>-C<sub>12</sub> alkyloxy groups have been prepared in good yields from the corresponding 4-alkyloxytoluenes by anodic methoxylation. The electrolyses were performed in a methanol/potassium fluoride electrolyte system at graphite electrodes under constant current conditions.

Acetale von 4-Alkyloxybenzaldehyden sind Zwischenprodukte für wichtige flüssig-kristalline Stoffklassen. So lassen sich durch säurekatalysierte Umacetalisierung mit 2-substituierten Propan-1,3-diole die in [1] beschriebenen flüssig-kristallinen 2,5-disubstituierten 1,3-Dioxane darstellen:



Für die Synthese der 4-Alkyloxybenzaldehyddimethylacetale bietet sich die Elektrooxydation von 4-Alkyloxytoluenen an [2, 3]. Die aus *p*-Cresol und Alkylhalogeniden leicht zugänglichen 4-Alkyloxytoluene **1 a-i** werden an Graphitanoden in Methanol mit Kaliumfluorid als Leitsalz in glatter Reaktion zu den 4-Alkyloxybenzaldehyddimethylacetalen **2 a-i** umgesetzt:



Die analytischen Daten der so dargestellten Verbindungen sind in einer vier Seiten umfassenden Tabelle zusammengestellt, die in der 'British Library' in der sparte 'Lending' (Ausleihe) aufbewahrt wird. Informationen der Zusendung von Kopien der besagten Veröffentlichung aus der 'British Library' werden am Schluss dieses Artikels unter der Nummer SUP 16515 gegeben. Die Produkte **2 a-g** konnten überwiegend mit

relative guten Ausbeuten in hoher Reinheit isoliert werden, während die Darstellung von **2h** und **2i** nur in leicht verunreinigter Form gelang.

### Experimente

Die I.R.-Spektren wurden mit einem Specord 71 I.R. (VEB Carl Zeiss Jena) und die <sup>1</sup>H-N.M.R.-Spektren mit einem Gerät des Typs AC 80 (Bruker) aufgenommen. Die als Ausgangsstoffe dienenden 4-Alkyloxytoluene wurden durch Williamson-Ethersynthese aus entsprechenden Alkylhalogeniden und *p*-Cresol in sehr guten Ausbeuten dargestellt.

Die anodische Oxydation der 4-Alkyloxytoluene erfolgte galvanostatisch in einer ungeteilten Umlaufzelle (Volumen 200 cm<sup>3</sup>) mit Graphitelektroden im Temperaturbereich von 30–35°C. Die Elektrolyte bestanden aus 165 cm<sup>3</sup> trockenem Methanol und 8,6 mmol Kaliumfluorid, denen

80 mmol **1 a–d**,

70 mmol **1 e–f** bzw.,

23 mmol **1 g–i**

zugesetzt wurden. (Auf Grund der mäßigen Löslichkeit von **1 g–i** in Methanol wurden je 3 Elektrolysen ausgeführt und die resultierenden Elektrolyseausträge vor der Aufarbeitung jeweils vereinigt.) Bei einer Stromdichte von 13 mA/cm<sup>2</sup> wurde die theoretisch erforderliche Ladung von 4 F zugeführt. Danach wurde das Methanol am Rotationsverdampfer abdestilliert und das ausgefallene Leitsalz abfiltriert. Die Produkte wurden durch Vakuumdestillation isoliert.

### Literatur

- [1] VORBRODT, H.-M., DERESCH, S., KRESSE, H., WIEGELEBEN, A., DEMUS, D., und ZASCHKE, H., 1981, *J. prakt. Chem.*, **323**, 902.
- [2] NILSSON, A., PALMQUIST, U., PETTERSON, T., und RONLÁN, A., 1978, *J. chem. Soc. Perkin Trans. I*, S. 708.
- [3] DEGNER, D., BARL, M., und SIEGEL, H., 1978, DE-OS 2,848,397.