



(12) Ausschließungspatent

(11) DD 294 737 A5

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1  
Patentgesetz der DDR  
vom 27. 10. 1983  
in Übereinstimmung mit den entsprechenden  
Festlegungen im Einigungsvertrag

5(51) C 25 B 3/02

DEUTSCHES PATENTAMT

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

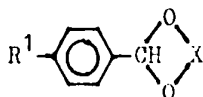
(21) DD C 25 B / 340 889 2 (22) 22.05.90 (44) 10.10.91

- (71) siehe (73)  
(72) Meister, Götz; Trutschel, Reinhard, Dr. Dipl.-Chem.; Fechtel, Ulrich, Dr. Dipl.-Chem.; Matschiner, Hermann, Prof. Dr. HS-Päd.; Altmann, Heinz, Dr. Dipl.-Chem., DE  
(73) Martin-Luther-Universität Halle – Wittenberg, BfNLS, Universitätsplatz 10, O - 4010 Halle, DE  
(74) siehe (73)

(54) Verfahren zur Herstellung von cyclischen Acetalen substituierter Benzaldehyde

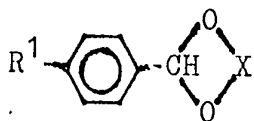
(55) Acetale, cyclische; Benzaldehyde; Oxidation, anodische; Toluene; Schutzgruppen; Alkanol; Alkandiol; Leitelektrolyt

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von cyclischen Acetalen substituierter Benzaldehyde der allgemeinen Formel, in der R<sup>1</sup> eine Alkoxy-, Aryloxy-, Alkyl-, Cycloalkyl-, Aryl- oder Acyloxygruppe, die gegebenenfalls substituiert ist, und X eine gegebenenfalls substituierte Alkandiygruppe darstellen. Die herstellbaren cyclischen Acetale weisen zum Teil flüssig-kristalline Eigenschaften auf und sind ferner als mit Schutzgruppen versehene Benzaldehyde anwendbar. Die cyclischen Acetale der Formel I lassen sich durch anodische Oxidation entsprechender in 4-Stellung mit R<sup>1</sup> substituierter Toluene in Gegenwart eines Alkanols oder eines Gemisches von Alkanolen als Lösungsmittel, eines Alkandiols und eines sauren Leitelektrolyten herstellen. Formel



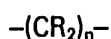
**Patentansprüche:**

1. Verfahren zur Herstellung von cyclischen Acetalen substituierter Benzaldehyde der allgemeinen Formel



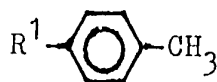
I,

in der R<sup>1</sup> eine Alkoxy-, Aryloxy-, Alkyl-, Cycloalkyl-, Aryl- oder Acyloxygruppe, die gegebenenfalls mit einer oder mehreren Alkoxy-, Aryloxy-, Alkyl-, Cycloalkyl-, Aryl-, Hydroxy-, Acyloxy-, Cyangruppen oder Halogenatomen substituiert sind, und X eine Alkandiylgruppe der allgemeinen Formel



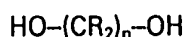
II,

in der R gleich oder voneinander verschieden ist und eine Alkyl-, Cycloalkyl- oder Arylgruppe, die gegebenenfalls mit einer oder mehreren Alkyl-, Cycloalkyl-, Aryl-, Alkoxy-, Aryloxy-, Hydroxy-, Acyloxy-, Cyan-, Alkoxy-carbonyl-, Aryloxy-carbonylgruppen oder Halogenatomen substituiert ist, oder ein Wasserstoffatom bedeutet und n 2, 3 oder 4 ist, darstellen, **dadurch gekennzeichnet**, daß substituierte Toluene der allgemeine Formel



III,

in der R<sup>1</sup> die obengenannte Bedeutung hat, in Gegenwart eines Alkandiols der allgemeinen Formel



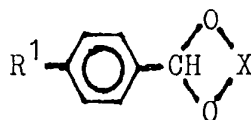
IV,

in der R und n die obengenannte Bedeutung aufweisen, eines Alkanols oder eines Gemisches von Alkanolen als Lösungsmittel und eines sauren Leitelektrolyten elektrochemisch oxidiert werden.

2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß ein Elektrolyt verwendet wird, der eine Zusammensetzung von 2 bis 40% an substituiertem Toluol der allgemeinen Formel III, 2 bis 50% an Alkandiol der allgemeinen Formel IV, 35 bis 95% an Alkanol oder an Gemisch von Alkanolen und 0,1 bis 10% an saurem Leitelektrolyt aufweist.
3. Verfahren nach den Ansprüchen 1 und 2, **dadurch gekennzeichnet**, daß Alkanole mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen als Lösungsmittel verwendet werden.
4. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet**, daß als saurer Leitelektrolyt Schwefelsäure, Monomethylsulfat, Monoethylsulfat, Sulfonsäuren und/oder Alkansäuren, gegebenenfalls in Verbindung mit Neutralsalzen, verwendet werden.
5. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet**, daß sich die Elektrolysetemperatur im Bereich zwischen 0°C und der Siedetemperatur des verwendeten Lösungsmittels, vorzugsweise im Bereich zwischen 20°C und einer Temperatur, die bis etwa 5K unter der des Siedepunktes des verwendeten Lösungsmittels liegt, befindet.
6. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 5, **dadurch gekennzeichnet**, daß die elektrochemische Oxidation an Anoden aus Platin oder aus Materialien auf der Basis von Kohlenstoff durchgeführt wird.
7. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 6, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Stromdichte bei der elektrochemischen Oxidation im Bereich zwischen 1 und 15 A/dm<sup>2</sup> liegt.

**Anwendungsgebiet der Erfindung**

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von cyclischen Acetalen substituierter Benzaldehyde der allgemeinen Formel



I,

in der R<sup>1</sup> eine Alkoxy-, Aryloxy-, Alkyl-, Cycloalkyl-, Aryl- oder Acyloxygruppe, die gegebenenfalls mit einer oder mehreren Alkoxy-, Aryloxy-, Alkyl-, Cycloalkyl-, Aryl-, Hydroxy-, Acyloxy-, Cyangruppen oder Halogenatomen substituiert sind, und X eine Alkandiylgruppe der allgemeinen Formel



II,

in der R gleich oder voneinander verschieden ist und eine Alkyl-, Cycloalkyl- oder Arylgruppe, die gegebenenfalls mit einer oder mehreren Alkyl-, Cycloalkyl-, Aryl-, Alkoxy-, Aryloxy-, Hydroxy-, Acyloxy-, Cyan-, Alkoxy-carbonyl-, Aryloxy-carbonylgruppen oder Halogenatomen substituiert ist, oder ein Wasserstoffatom bedeutet und n 2, 3 oder 4 ist, darstellen. Zahlreiche Verbindungen, die durch das erfindungsgemäße Verfahren herstellbar sind, insbesondere verschiedene 2,5-disubstituierte 1,3-Dioxane, weisen flüssig-kristalline Eigenschaften auf, so daß in einigen Anwendungsgebieten flüssiger Kristalle wie beispielsweise in der Herstellung von Displays Einsatzmöglichkeiten gegeben sind. Ferner können die cyclischen Acetale als mit Schutzgruppen versehene Benzaldehyde Anwendung finden.

#### Charakteristik des bekannten Standes der Technik

Es ist bekannt, daß sich Aldehydacetale allgemein durch Anlagerung von Alkoholen an Aldehyde bzw. deren Derivate wie beispielsweise Aldehydanile, Aldoxime oder Aldehyddihalogenide oder auch durch Umacetalisierung anderer Acetale herstellen lassen (MESKENS, F. A. J., Synthesis 1981, 502-522; HOUBEN-WEYL, Bd. 6/3, 1965, S. 199ff.). Cyclische Acetale können darüber hinaus durch Anlagerung von 1,2-Epoxiden an Aldehyde hergestellt werden (HOUBEN-WEYL, Bd. 7/1, 1954, S. 422). Diese allgemeinen Herstellungsverfahren betreffen auch die Herstellung von cyclischen Benzaldehydacetalen. Nachteilig sind diese Verfahren insofern, als dabei zunächst im allgemeinen von den entsprechenden Benzaldehyden ausgegangen werden muß und sich mindestens eine weitere Stufe zur Herstellung der cyclischen Acetale erforderlich macht.

Weiterhin ist bekannt, daß bestimmte substituierte Toluene elektrochemisch in alkanolischer Lösung zu entsprechenden substituierten Benzaldehyddialkylacetalen oxidierbar sind, was in (NILSSON, A.; PALMQUIST, U.; PETERSSON, T.; RONLÁN, A., J. chem. Soc. Perkin Trans. I, 708 [1978], DE 2848397, DE 2851732, DE 2930480, DE 2948455, DE 3132726, DE 3322399, DE 3605451, DE 3644076, DE 3048992, DE 3713732, DE 2935398, US 4354904) beschrieben wird. In keiner dieser Schriften wird jedoch die Herstellung cyclischer Benzaldehydacetale, sondern lediglich die Herstellung von nichtcyclischen Dialkylacetalen von Benzaldehyden angegeben.

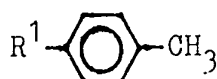
In der DE-OS 3828792 wird ein Verfahren zur Herstellung von 2-Benzoyloxy-benzaldehyddialkylacetalen aus 2-Benzoyloxy-toluene in Gegenwart eines Alkanols oder von Ethan-1,2-diol oder Propan-1,3-diol beschrieben. Dabei wird die Elektrosynthese von 2-(2'-Benzoyloxy-phenyl)-1,3-dioxolan aus 2-Benzoyloxy-toluene, Methanol und Ethan-1,2-diol in neutralem Medium angegeben. Die Ausbeute an cyclischem Acetal ist jedoch sehr gering, und die Aufarbeitung wird durch den Überschuß an nichtcyclischem 2-Benzoyloxy-benzaldehyddimethylacetal erschwert.

#### Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist die Herstellung von cyclischen Acetalen substituiert Benzaldehyde der allgemeinen Formel I durch Verwendung von Ausgangsstoffen, die in vielen Fällen kostengünstiger als bei bekannten Verfahren sind, mit guten Ausbeuten und hoher Reinheit der Produkte.

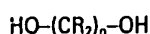
#### Darlegung des Wesens der Erfindung

Aufgabe der Erfindung ist ein einstufiges Verfahren zur Herstellung von cyclischen Acetalen substituiert Benzaldehyde, bei dem keine oder nur in geringfügigen Mengen nichtcyclische Acetale als unerwünschte Nebenprodukte entstehen. Erfindungsgemäß lassen sich die Verbindungen der allgemeinen Formel I dadurch herstellen, daß substituierte Toluene der allgemeinen Formel



III,

in der R¹ die obengenannte Bedeutung hat, in Gegenwart eines Alkandiols der allgemeinen Formel



IV,

in der R und n ebenfalls die obengenannten Bedeutungen aufweisen, eines Alkanols oder eines Gemisches von Alkanolen als Lösungsmittel und eines sauren Leitelektrolyten elektrochemisch oxidiert werden.

Überraschend ist dabei, daß die cyclischen Acetale substituiert Benzaldehyde der allgemeinen Formel I in guten Ausbeuten gebildet werden, auch wenn neben dem Alkandiol der allgemeinen Formel IV das als Lösungsmittel verwendete Alkanol oder das Gemisch von Alkanolen in einem sehr großen Überschuß vorhanden ist. Auf Grund der gegebenenfalls sehr geringen Nebenproduktbildung wird die Aufarbeitung bzw. Reinigung der Produkte wesentlich erleichtert.

Das erfindungsgemäße Verfahren ist in zahlreichen Fällen vorteilhaft in einer ungeteilten Elektrolysezelle durchführbar. In einigen Fällen, beispielsweise bei Elektrolyse in Anwesenheit bromhaltiger Verbindungen, wird eine geteilte Zelle bevorzugt. Der Elektrolyt für die elektrochemische Oxidation des substituierten Toluens der allgemeinen Formel III enthält außer diesem ein Alkandiol der allgemeinen Formel IV, ein Alkanol mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen oder ein Gemisch derartiger Alkanole als Lösungsmittel und einen sauren Leitelektrolyten. Die Elektrolytzusammensetzung ist bei dem erfindungsgemäßen Verfahren in weiten Grenzen variierbar. Der Elektrolyt soll eine Zusammensetzung von 2 bis 40% an substituiertem Toluene der allgemeinen Formel III, 2 bis 50% an Alkandiol der allgemeinen Formel IV, 35 bis 95% an Alkanol oder an Gemisch von Alkanolen und 0,1 bis 10% an saurem Leitelektrolyt aufweisen.

Bevorzugt werden bei dem erfindungsgemäßen Verfahren Alkanole mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, vorzugsweise Methanol oder Ethanol, oder ein Gemisch solcher Alkanole mit Methanol und/oder Ethanol als Hauptkomponente eingesetzt. Als saure Leitelektrolyte sind Schwefelsäure, Monomethylsulfat, Monoethylsulfat, Sulfonsäuren und/oder Alkansäuren, gegebenenfalls in Verbindung mit Neutralsalzen, geeignet. Als Sulfonsäuren sind beispielsweise Methansulfonsäure, Benzensulfonsäure oder Toluol-4-sulfonsäure verwendbar. Als Alkansäure wird Essigsäure bevorzugt. Zu den verwendbaren Neutralsalzen zählen insbesondere Alkali- und Tetraalkylammoniumtetrafluoroborate sowie Ammonium- und Kaliumfluorid. Die Elektrolysetemperaturen liegen im Bereich zwischen 0°C und der Siedetemperatur des verwendeten Lösungsmittels, vorzugsweise im Bereich zwischen 20°C und einer Temperatur, die bis zu etwa 5 K unter der des Siedepunkts des verwendeten Lösungsmittels liegt.

Als Anodenmaterialien sind bei dem erfindungsgemäßen Verfahren Edelmetalle wie beispielsweise Platin oder Materialien auf der Basis von Kohlenstoff wie beispielsweise Graphit, mit Kunstharz imprägnierter Graphit oder Glaskohlenstoff einsetzbar. Die Stromdichten bei der elektrochemischen Oxidation sind im Bereich zwischen 0,5 A/dm<sup>2</sup> und 25 A/dm<sup>2</sup> variierbar, bevorzugt wird ein Bereich zwischen 1 A/dm<sup>2</sup> und 15 A/dm<sup>2</sup>. Die Elektrolyse ist mit 3 bis 6 F je Mol des eingesetzten substituierten Toluols der allgemeinen Formel III durchführbar, bevorzugt wird eine Ladung von 3,5 bis 5,0 F.

Die Aufarbeitung der Elektrolyseausträge erfolgt nach an sich üblichen Methoden. Zur Isolierung der cyclischen Acetale substituierter Benzaldehyde der allgemeinen Formel I wird zunächst das Lösungsmittel und gegebenenfalls die Alkansäure weitgehend abdestilliert. Danach wird die als Leitelektrolyt zugesetzte Säure sowie gegebenenfalls noch vorhandene Alkansäure im Rückstand beispielsweise durch Zugabe von Natriummethanolat oder Natriumcarbonat neutralisiert. Gebildete feste Neutralisationsprodukte bzw. Salze sind abzutrennen. In den Fällen, in denen sich cyclisches Acetal während der Elektrolyse oder auch nach der Elektrolyse bei Abkühlung abscheidet, ist dieses auch direkt abtrennbar. Dabei erübrigt sich gegebenenfalls eine weitere Aufarbeitung des Elektrolyseaustrags. Die rohen cyclischen Acetale sind beispielsweise durch fraktionierte Destillation oder durch Umkristallisieren in reiner Form isolierbar. Das bei der Aufarbeitung anfallende Lösungsmittel kann, gegebenenfalls zusammen mit der Alkansäure, vorteilhaft zur Elektrolyse zurückgeführt werden.

#### Ausführungsbeispiele

##### Beispiel 1: Elektrochemische Herstellung von 2-(4-Hexyloxy-phenyl)-5-propyl-1,3-dioxan

Apparatur: ungeteilte Elektrolysezelle mit 2 Elektroden, Elektrodenabstand 33 mm  
 Anode, Kathode: Graphit, mit Kunstharz imprägniert  
 Elektrolyt: 11,54 g 4-Hexyloxy-toluol  
               7,09 g 2-Propyl-propan-1,3-diol  
               0,30 g Toluol-4-sulfonsäure  
               110 g Methanol  
 Temperatur: 40 bis 45°C  
 Stromdichte: 1,8 A/dm<sup>2</sup>  
 Ladung: 25470 As, entsprechend 4,4 F bezüglich 4-Hexyloxy-toluol

Die Elektrolyse erfolgt in galvanostatischer Arbeitsweise. Nach Zufuhr der angegebenen Ladung wird das Methanol im Rotationsverdampfer abdestilliert, wobei die Badtemperatur maximal 50°C beträgt. Das abdestillierte Methanol wird zur Elektrolyse zurückgeführt. Der Rückstand, mit 30 cm<sup>3</sup> Diethylether aufgenommen, wird mit 0,5 g Natriumcarbonat neutralisiert. Anschließend wird von ungelösten Bestandteilen abfiltriert. Nach Abdampfen des Diethylethers wird abgekühlt, wobei allmählich das Zielprodukt auskristallisiert. Das abgeseugte Produkt wird durch Umkristallisieren aus Methanol gereinigt. Das 2-(4-Hexyloxy-phenyl)-5-propyl-1,3-dioxan liegt dann in Form farbloser Kristalle in einer Masse von 8,4 g vor, was einer Materialausbeute von 46%, bezogen auf eingesetztes 4-Hexyloxy-toluol und 2-Propyl-propan-1,3-diol, und einer Stromausbeute von 41% entspricht. Aus den Mutterlaugen lassen sich destillativ 3,0 g 2-Propyl-propan-1,3-diol und 2,0 g 4-Hexyloxy-toluol zurückgewinnen, die zur Elektrolyse zurückgeführt werden.

Materialausbeute, bezogen auf umgesetztes 4-Hexyloxy-toluol: 55%

Materialausbeute, bezogen auf umgesetztes 2-Propyl-propan-1,3-diol: 79%

Elementaranalyse: gefunden (berechnet) C: 74,06 % (74,47 %)

H: 9,85 % (9,87 %)

<sup>1</sup>H-NMR (CDCl<sub>3</sub>/TMS)/ppm: 0,9–1,8 (m, 18H); 2,11 (m, 1H); 3,50 (dd, 2H, 12 Hz, 10 Hz); 3,92 (t, 2H, 7 Hz); 4,20 (dd, 2H, 12 Hz, 5 Hz); 5,34 (s, 1H); 6,85 (d, 2H, 9 Hz); 7,37 (d, 2H, 9 Hz)

IR (Nujol)/cm<sup>-1</sup>: 1620, 1520, 1250, 1080, 830

##### Beispiel 2: Elektrochemische Herstellung von 2-(4-Hexyloxy-phenyl)-5-octyl-1,3-dioxan

Apparatur, Elektrodenabstand, Temperatur, Stromdichte, Ladung wie im Beispiel 1

Anode, Kathode: Graphit, mit Kunstharz imprägniert  
 Elektrolyt: 11,5 g 4-Hexyloxy-toluol  
               8,5 g 2-Octyl-propan-1,3-diol  
               0,3 g Toluol-4-sulfonsäure  
               110 g Methanol

Elektrolyse und Aufarbeitung erfolgen analog Beispiel 1. Das 2-(4-Hexyloxy-phenyl)-5-octyl-1,3-dioxan fällt in Form farbloser Kristalle an.

Materialausbeute, bezogen auf eingesetztes 2-Octyl-propan-1,3-diol: 40%

Materialausbeute, bezogen auf eingesetztes 4-Hexyloxy-toluen: 30%

Stromausbeute, bezogen auf eingesetztes 4-Hexyloxy-toluen: 27%

Elementaranalyse: gefunden (berechnet) C: 76,41 % (76,55 %)

H: 10,64 % (10,71 %)

$^1\text{H-NMR}$  ( $\text{CDCl}_3/\text{TMS}$ )/ppm: 0,83–1,81 (m, 28H); 2,09 (m, 1H); 3,49 (dd, 2H, 12Hz, 10Hz); 3,92 (t, 2H, 7Hz); 4,20 (dd, 2H, 12Hz, 5Hz); 5,34 (s, 1H); 6,85 (d, 2H, 9Hz); 7,37 (d, 2H, 9Hz)

IR (Nujol)/ $\text{cm}^{-1}$ : 1620, 1520, 1250, 1080, 830

### Beispiel 3: Elektrochemische Herstellung von 2-(4-Hexyloxy-phenyl)-5-(4'-hexyl-phenyl)-1,3-dioxan

Apparatur, Elektrodenabstand, Temperatur, Stromdichte, Ladung wie im Beispiel 1

Anode, Kathode: Graphit, mit Kunstharz imprägniert

Elektrolyt: 11,5 g 4-Hexyloxy-toluen  
10,9 g 2-(4-Hexyl-phenyl)-propan-1,3-diol  
0,3 g Toluol-4-sulfonsäure  
110 g Methanol

Die Elektrolyse erfolgt analog Beispiel 1. Nach der Elektrolyse wird der Elektrolyseauszug mit Eis gekühlt, wobei das Produkt zum überwiegenden Teil auskristallisiert. Vom ausgefallenen Produkt wird abgesaugt. Anschließend wird das Produkt aus Methanol umkristallisiert. Es resultieren 7,8 g 2-(4-Hexyloxy-phenyl)-5-(4'-hexyl-phenyl)-1,3-dioxan, was einer Materialausbeute von 41%, bezogen auf eingesetztes 2-(4-Hexyl-phenyl)-propan-1,3-diol, entspricht.

Wird vom verbliebenen Rückstand des Elektrolyseauszugs das Methanol im Rotationsverdampfer abdestilliert, dann mit 30  $\text{cm}^3$  Diethylether aufgenommen, mit 0,5 g Natriumcarbonat neutralisiert, abfiltriert und schließlich unter Abdampfen des Diethylethers abgekühlt, erhöht sich die Ausbeute an 2-(4-Hexyloxy-phenyl)-5-(4'-hexyl-phenyl)-1,3-dioxan um weitere 1,7 g. Gesamtausbeute: 9,5 g

Materialausbeute, bezogen auf eingesetztes 2-(4-Hexyl-phenyl)-propan-1,3-diol: 50%

Materialausbeute, bezogen auf eingesetztes 4-Hexyloxy-toluen: 37%

Stromausbeute, bezogen auf eingesetztes 4-Hexyloxy-toluen: 34%

$^1\text{H-NMR}$  ( $\text{CDCl}_3/\text{TMS}$ )/ppm: 0,85–1,83 (m, 22H); 2,58 (t, 2H, 8Hz); 3,32 (m, 1H); 3,95 (t, 2H, 7Hz); 4,00 (dd, 2H, 12Hz, 10Hz); 4,33 (dd, 2H, 12Hz, 5Hz); 5,52 (s, 1H); 6,89 (d, 2H, 9Hz); 7,14 (s, 4H); 7,44 (d, 2H, 9Hz)

IR (Nujol)/ $\text{cm}^{-1}$ : 1625, 1520, 1250, 1150, 1020, 830, 800

### Beispiel 4: Elektrochemische Herstellung von 2-(4-Methoxy-phenyl)-1,3-dioxolan

Apparatur, Elektrodenabstand, Temperatur, Stromdichte wie im Beispiel 1

Anode, Kathode: Graphit, mit Kunstharz imprägniert

Elektrolyt: 9,8 g 4-Methoxy-toluen  
3,7 g Ethan-1,2-diol  
0,3 g Toluol-4-sulfonsäure  
110 g Methanol

Ladung: 29840 As

Die Elektrolyse erfolgt analog Beispiel 1. Nach der Elektrolyse wird das Methanol im Rotationsverdampfer abdestilliert, wobei die Badtemperatur maximal 50°C beträgt. Das abdestillierte Methanol wird zur Elektrolyse zurückgeführt. Der Rückstand wird mit 30  $\text{cm}^3$  Diethylether aufgenommen; danach wird mit 0,5 g Natriumcarbonat neutralisiert. Anschließend wird von ungelösten Bestandteilen abfiltriert. Nach Abdampfen des Diethylethers wird fraktioniert destilliert. Bei einem Druck von 0,4 bis 0,7 kPa geht zunächst bei 44 bis 84°C ein Vorlauf über, dem sich die Hauptfraktion mit einem Siedebereich von 86 bis 90°C anschließt. Es werden 6,4 g 2-(4-Methoxy-phenyl)-1,3-dioxolan als farblose Flüssigkeit erhalten. Das entspricht einer Materialausbeute, bezogen auf Ethan-1,2-diol, von 59%. Auf eingesetztes 4-Methoxy-toluen bezogen, ergeben sich eine Materialausbeute von 44% und eine Stromausbeute von 46%.

$^1\text{H-NMR}$  ( $\text{CDCl}_3/\text{TMS}$ )/ppm: 3,78 (s, 3H); 4,04 (m, 4H); 5,73 (s, 1H); 6,89 (d, 2H, 9Hz); 7,39 (d, 2H, 9Hz)

IR (kapillar)/ $\text{cm}^{-1}$ : 1620, 1520, 1250, 1080, 830