

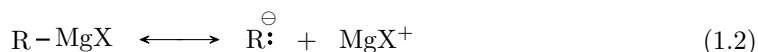
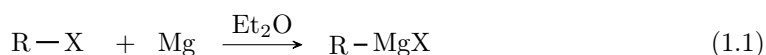
Eksperiment 8: Grignardreaksjon - syntese av trifenylmetanol

Sammendrag

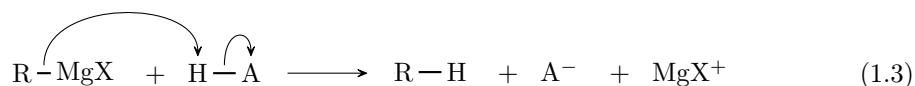
Syntese av trifenylmetanol er blitt utført ved grignardreaksjon med brombenzen og etylbenzoat. Relativt utbytte ble 60 % og TLC analyse indikerte rent produkt.

1 Teori

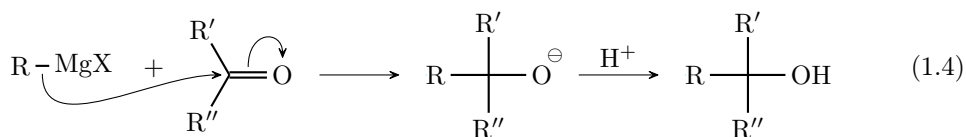
Grignardkjemi er en undergruppe av organometallisk kjemi hvor magnesium brukes som metall. En grignardreagens lages ved reaksjon med fast magnesium og en alkylhalid i eter (ligning 1.1). Bindingen til magnesium har en relativt høy ionisk karakter og vil oppføre seg som et karbanion (ligning 1.2)^[1].



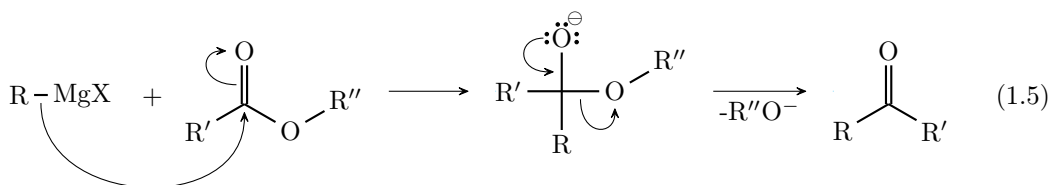
Dette gjør at grignardreagensen er en sterk base og vil deprotonere nesten alle sure protoner (alkohol, karboksylsyre, amin, terminal alkyn) og reagere aggressivt med f.eks. vann (ligning 1.3). Dette vil ødelegge reagensen og danne et alkan. Dette gjør det umulig å lage grignardreagenser med noen sure funksjonelle grupper da den vil umiddelbart autoprotolyseres og ødelegges^[1].



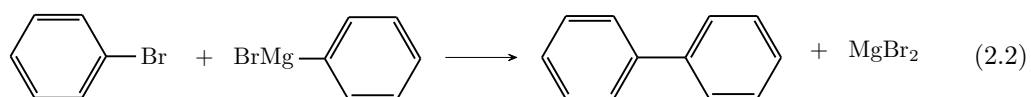
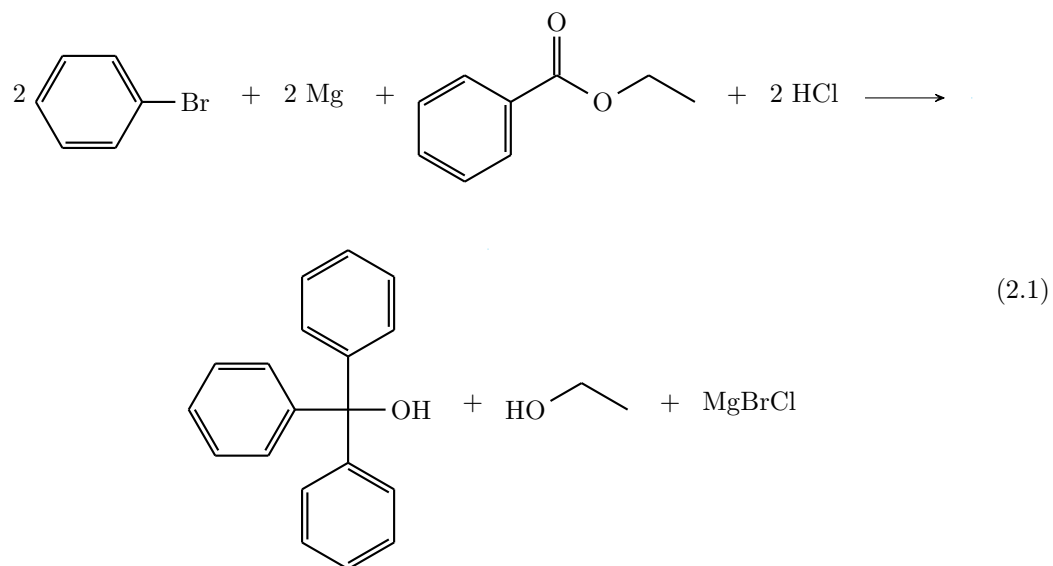
Grignardreagenser er gode nukleofile og kan adderes til karbonylgrupper (Aldehyd, keton og ester) for å danne alkoholer. Aldehyder og ketoner vil få en enkelt addisjon og henholdsvis danne sekundære og tertiære alkoholer (ligning 1.4)^[1]. Formaldehyd vil danne primære alkoholer.



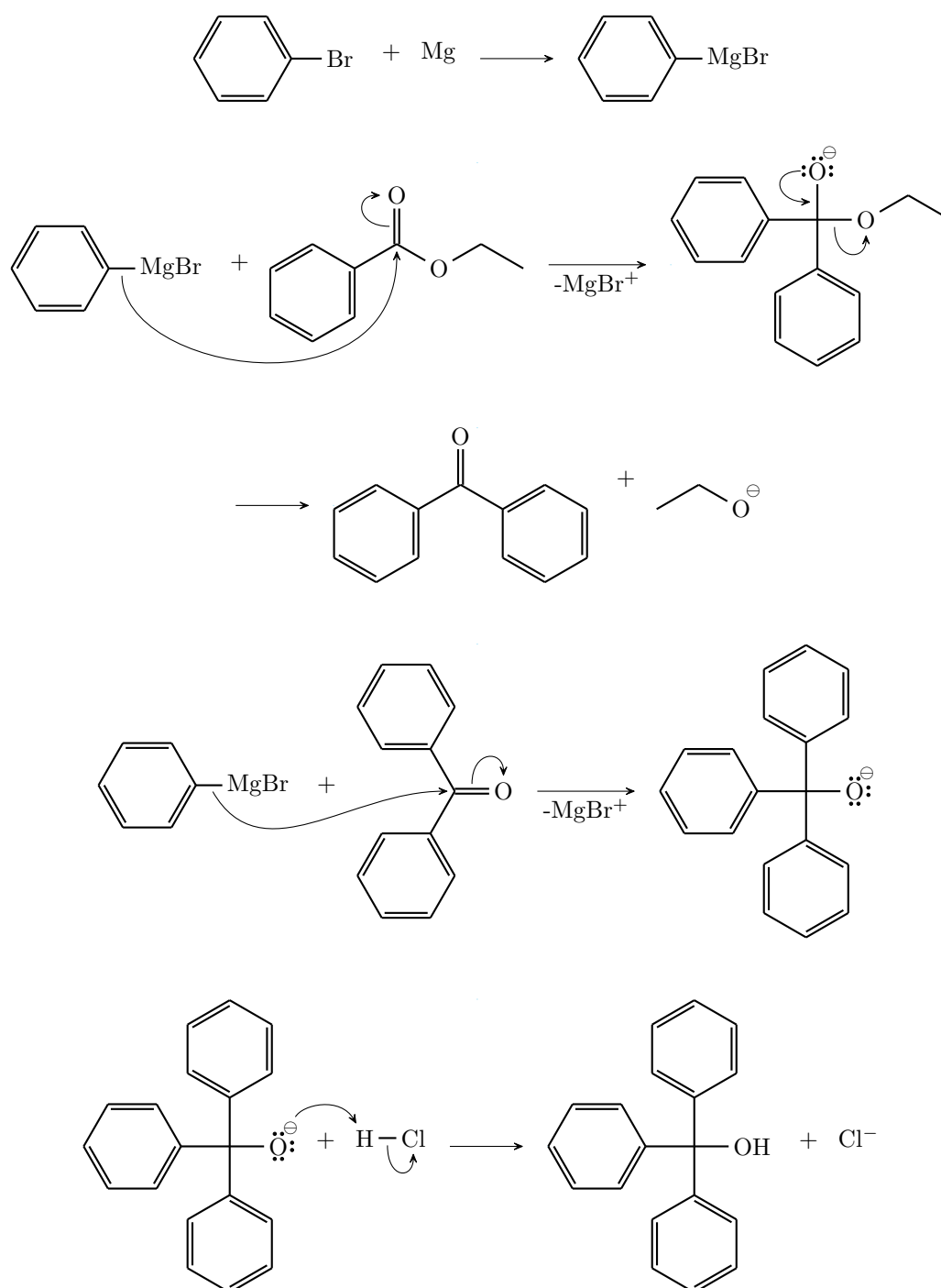
Estere vil først få addert et grignardmolekyl og så eliminere en alkoksid for å danne et aldehyd eller keton (ligning 1.5) som videre reagerer som i ligning 1.4^[1].



2 Reaksjonsligninger



3 Reaksjonsmekanismer



Figur 3.1: Reaksjonsmekanismer for grignardreaksjonen

4 Fysikalske Data

Relevante molare masser er listet i tabell 4.1.

Tabell 4.1: Molare masser for forbindelser i forsøket ^[2]

Forbindelse	Molar masse [g/mol]
Magnesium	24,31
Brombenzen	157,0
Etylbenzoat	150,2
Trifenylmetanol	260,3
Bifenyl	154,2

5 Eksperimentelt

Magnesiumspon (0,98 g, 40,3 mmol) og et par jod-krystaller ble varmet til lilla jod damp ble observert. Blanding av brombenzen (4,63 g, 29,5 mmol) og dietyleter (20 mL) ble tilsatt dråpevis under jevn røring og koking med reflux med kalsiumklorid. Løsningen ble kjølt i isbad og blanding av etylbenzoat (1,48 g, 9,86 mmol) og dietyleter (10 mL) ble tilsatt dråpevis. Løsningen ble kokt med reflux i 30 minutter.

Løsningen ble forsiktig overført til isbad (10 g is, 15 mL vann) og HCl ble tilsatt til løsningen ble sur ($\text{pH} < 3$). Fasene ble skilt og vannfasen ekstrahert med dietyleter (2 x 15 mL). Samlet eterfase ble vasket med mettet NaCl, tørket over vannfri MgSO_4 og dampet inn under redusert trykk. Krystallene ble vasket med pentan (3 x 10 mL) og tørket under redusert trykk. Produkt ble analysert ved TLC(silicagel, petroleumseter/etylacetat 4:1).

6 Resultater

Resultat for forsøket står i tabell 6.1.

Tabell 6.1: Utbytte for syntese og resultat for TLC

Utbytte av trifenylmetanol	Masse [g]	Stoffmengde [mmol]	Relativt
Teoretisk utbytte	2,57	9,86	
Eksperimentelt utbytte	1,54	5,92	60 %
Forbindelse	R_f		
Trifenylmetanol	0,71		
Bifenyl	0,90		

7 Diskusjon

Trifenylnmetanol ble syntetisert med et relativt utbytte på 60 %. TLC analyse viser ingen tilstedeværelse av urenheter. Stofftap skyldes trolig ufullstendig reaksjon og tap ved vasking med pentan. Bifenyl dannes ved reaksjon mellom grignardreagensen og ureagert brombenzen (ligning 2.2) og må vaskes vekk med pentan. Det ble fjernet 0,86 g stoff i vaskingen. Grignardreagensen er i utgangspunktet i 9,78 mmol overskudd (ligning 2.1) og dersom alt dette hadde reagert til bifenyl tilsvarer dette 0,75 g bifenyl. Det betyr at om mer enn 0,75 g av det stoffet som er vasket vekk er bifenyl er overskuddet av grignardreagensen oppbrukt. Overskuddet av grignardreagens vil også bli redusert litt ved reaksjon med fuktighet i luften og fra glassutstyr som vil påvirke støkiometrien. Tilsats av HCl vil nøytralisere eventuelt overskudd av grignardreagens og protonerer trifenylnmetoksiden slik at den går over i eterfasen.

Trondheim, 26. mars 2018

Marcus Takvam Lexander

Referanser

- [1] Solomons Graham, T.W., Fryhle B. Craig, Snyder A. Scott, *Solomons' Organic Chemistry*. Wiley, 12th ed., 2016. s. 547-59
- [2] A. G. Blackman, *Aylward and Findlay's SI chemical data*. Wiley, 7th ed., 2014