Eksperiment 10: Aldolkonensasjon - syntese av tetrafenylsyklopentadienon

Sammendrag

Syntese av tetrafenylpentadienon ble gjort ved basekatalysert aldolkondensasjon av benzil og 1,3-difenylpropan-2-ol. Produkt ble framstilt til 63 % utbytte og TLC viste rent produkt.

1 Teori

En aldolkondensasjonsreaksjon er en reaksjon hvor en enol reagerer med et aldehyd eller keton for å danne en aldol som spalter av vann og danner et $\alpha - \beta$ umettet aldehyd eller keton [1]. Rene aldehyder eller ketoner med α -hydrogener vil kunne reagere med seg selv i en aldol kondensasjon da de vil eksistere i en likevekt med den tauteomere enol formen. Aldolkondensasjoner er base- eller syrekatalyserte da dette vil katalysere dannelsen av enol/enolat. Generell reaksjonsmekanisme for basekatalysert står i figur 1.1.

Figur 1.1: Generell mekanisme for aldolkondensasjon [1]

2 Reaksjonsligninger

${\bf 3}\quad {\bf Reaksjonsmekanismer}$

H **<**

$$+ \frac{1}{10} + \frac{1}{10$$

Figur 3.1: Mekanisme for reaksjonen

4 Fysikalske Data

Tabell 4.1: Relevante molare masser [2]

Forbindelse	Molar masse [g/mol]
Benzil	210,23
1,3-difeylpropan-2-on Tetrafenylsyklopantadienon	210,28 $384,48$
КОН	56,11

5 Eksperimentelt

Blanding av benzil (1,05 g, 4,99 mmol), 1,3-difenylpropan-2-on (1,09 g, 5,18 mmol), KOH (0,15 g, 2,67 mmol) og etanol (96 %, 30 mL) ble kokt med refluks i 15 minutter. Løsningen ble avkjølt i isbad til produkt ble krystallisert. Krystallene ble filtrert, vasket med vann til filtrat var nøytralt og så med kald etanol (96 %, 10 mL). Krystallene ble analysert ved TLC (silica gel, n-pentan og aceton, 9:1).

6 Resultater

Resultater for syntesen står i tabell 6.1.

Tabell 6.1: Resultater for syntese

Utbytte av tetrafenylpentadienon	Masse [g]	Stoffmengde [mmol]	relativt
Teoretisk Eksperimentelt	1,92 1,21	4,99 3,15	63 %
Forbindelse	R_{f}		
Tetrafenylpentadienon Benzil 1,3-difenylpropan-2-on	0,72 0,62 0,62		

7 Diskusjon

Produkt ble framstilt med et relativt utbytte på 63 % og TLC viser ingen tilstedeværelse av biprodukter. Stofftap vil trolig skylles oppløst stoff ved filtrering og vasking, og dannelse av biprodukt fra selvkondensering av difenylpropanonen. Vasking med vann fjerner rester av KOH og vasking med etanol fjerner biprodukt. Dannelse av biprodukt kunne blitt tilnærmet eliminert ved å tilsette difenylpropanon sakte til reaksjonsblandingen slik at konsentrasjonen var for lav til å selvkondensere.

Trondheim, 12. april 2018

Marcus Takvam Lexander

Referanser

- [1] Solomons Graham, T.W., Fryhle B. Craig, Snyder A. Scott, Solomons' Organic Chemistry. Wiley, 12th ed., 2016. s. 856-859
- [2] A. G. Blackman, Aylward and Findlay's SI chemical data. Wiley, 7th ed., 2014