

## Eksperiment 6: Reduksjon av 9-fluorenon

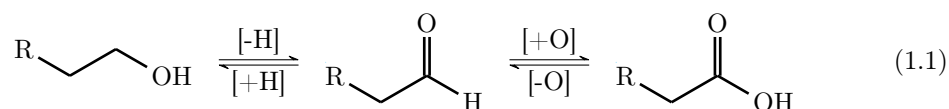
### Sammendrag

9-fluorenonol er blitt framstilt ved reduksjon av 9-fluorenon. TLC analyse viser ingen utrenhet, men masse av produkt på mer enn teoretisk verdi indikerer høy forurensing av vann.

## 1 Teori

### 1.1 Organiske redoks reaksjoner

I organisk kjemi er redoks reaksjoner ofte beskrevet med en reduksjon eller økning av antall hydrogen eller oksygenatomer. En reduksjon er en økning i hydrogen eller reduksjon av oksygen og oksidasjon blir motsatt<sup>[1]</sup>. Typisk oksidasjon fra alkoholer til ketoner og aldehyder og fra aldehyder til karboksylsyrer er de vanligste redoksreaksjonene i organisk kjemi. Generell reaksjon er vist i ligning 1.1.



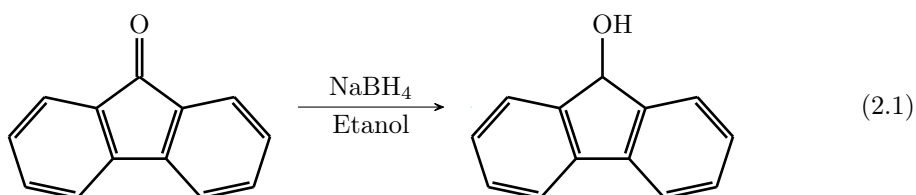
Vanlige oksidasjonsmidler er dikromat ( $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ ), som bare oksiderer alkoholer til aldehyder og ketoner (Steg 1 i ligning 1.1) og permanganat ( $\text{MnO}_4^-$ ) som oksiderer både alkoholer og aldehyder. Vanlige reduksjonsmidler er  $\text{NaBH}_4$  som bare reduserer ketoner og aldehyder og  $\text{LiAlH}_4$  som og reduserer karboksylsyrer<sup>[1]</sup>.

### 1.2 Tynnsjiktskromatografi (TLC)

Tynnsjiktskromatografi er en analytisk metode for å avgjøre renheten av stoffer som er basert på affinitet til forskjellige faser. Forbindelser blir applisert på en plate av oftest silica eller alumina og satt i en upolar fase som blir trukket oppover platen av kapillærkrefter. Stoffene blir dratt oppover platen utfra affiniteten til den mobile fasen. Upolare stoffer vil typisk ha en høy affinitet til den upolare mobile fasen og polare stoffer vil ha høy affinitet til den polare stasjonære fasen.  $R_f$  verdien (ligning 1.2) kan være nyttig for å sammenligne separasjon av forbindelser og vurdere renhet<sup>[2]</sup>.

$$R_f = \frac{\text{Vandringslengde stoff}}{\text{Vandringslengde mobil fase}} \quad (1.2)$$

## 2 Reaksjonsligninger



### 3 Fysikalske data

Relevante fysikalske data står i tabell 3.1.

**Tabell 3.1:** Molare masser av stoffer i forsøket<sup>[3]</sup>

Forbindelse	Molar masse [g/mol]
9-fluorenon	180,192
9-fluorenol	182,22

### 4 Eksperimentelt

9-fluorenon (0,62 g) ble løst i etanol (20 mL). NaBH<sub>4</sub> (0,25 g) ble løst i iskaldt vann (5 mL) og tilsatt i 9-fluorenon løsningen. Reaksjonsblandingen sto i 5 minutter under røring og iskaldt vann (ca. 30 mL) ble tilsatt. Løsningen ble gjort sur ved tilsats av HCl (3 M). Løsningen ble vasket med vann (ca. 30 mL) 2 ganger med dekantering, filtrert og vasket med vann (20 mL) 2 ganger over filteret. Produktet ble tørket over vakuum i 15 minutter. Tynnsjiktanalyse ble utført, TLC(silicagel, 20% EtOAc/petroleumseter).

### 5 Resultater

Resultater står listet i tabell 5.1.

**Tabell 5.1:** Resultater for reduksjon og TLC

Masse utgangsstoff [g]	Masse produkt [g]	Utbytte
0,62	0,70	> 100 %
Forbindelse	R <sub>f</sub>	
9-fluorenon standard	0,93	
9-fluorenol standard	0,63	
produkt	0,64	

### 6 Diskusjon

9-fluorenol ble framstilt (ligning 2.1) med utbytte på tilsynelatende over 100 %. TLC analyse viser R<sub>f</sub> verdi på produktet veldig nært standardløsningen og ingen splitting på platen som indikerer rent stoff, men utbytte på over 100 % (~112 %) indikerer høy forurensning av vann. Vi kan altså ikke si noe veldig fornuftig på det reelle utbytte av produktet uten bedre isolering av stoffet eller spektroskopiske analysemetoder.

Trondheim, 10. 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. 536-546
- [2] L. Harwood, C. Moody, and J. Percy, *Experimental Organic Chemistry: Standard and Microscale*. Wiley, 1999. s. 165-171
- [3] A. G. Blackman, *Aylward and Findlay's SI chemical data*. Wiley, 7th ed., 2014

## Vedlegg A: svar på kontrollspørsmål

1.  $\text{LiAlH}_4$  ville vært et alternativ, men det er meget reaktivt og brukes i helt vannfrie reaksjoner så med mindre det er helt nødvendig (som for å redusere syrer) er det veldig praktisk å bruke  $\text{NaBH}_4$ .
2. Smeltepunktsanalyse som vi har brukt i tidligere forsøk hadde vært mulig å bruke, og mange ulike spektroskopiske metoder (f.eks H-nmr og ICPMS) ville vært veldig nyttig til å få mye mer nøyaktige data på renhet og vanninnhold.
3. Vi kunne tørket produktet lengre, og knust det bedre. Rotavapor og varmebehandling av stoffet ville også kunne fjernet mye av vannet. Generelt sett burde vi brukt mer tid enn et kvarter på tørkeprosessen. En omkrystallisering av stoffet i et egnet løsemiddel ville også kunne resultert i mye renere stoff.