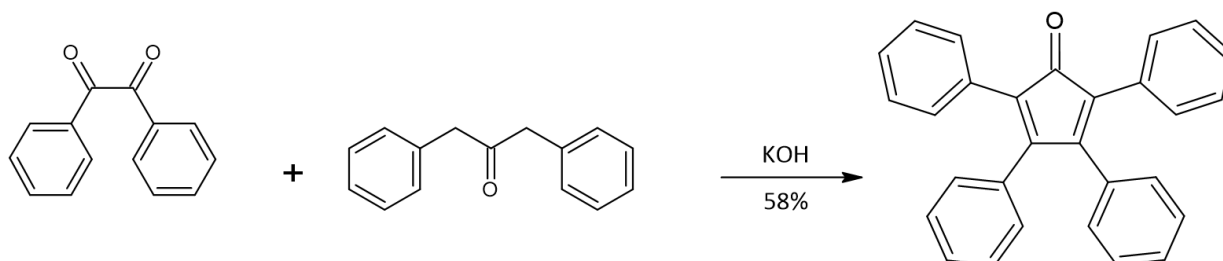


Versuchsnummer 5.3.6

Reaktion von Dibenzylketon mit Benzyl in Gegenwart von KOH

1. Reaktionsgleichung



Benzil
 $C_{14}H_{10}O_2$
210,2 g/mol ⁽¹⁾

Dibenzylketon
 $C_{15}H_{14}O$
210,3 g/mol ⁽²⁾

Tetraphenylcyclopentadienon
 $C_{29}H_{20}O_2$
394,47 g/mol ⁽³⁾

2. Versuchsapparaturen

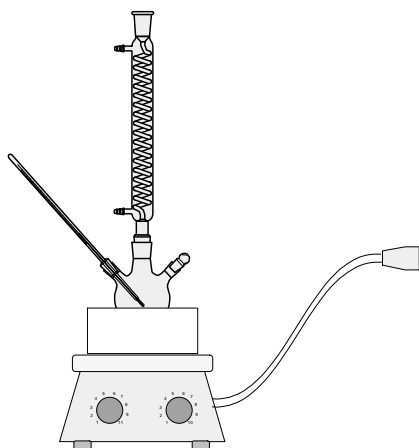


Abb. 1:
Heizplatte mit Ölbad und Rührfisch,
Dreihalskolben mit Thermometer,
Rührfisch und Rückflusskühler

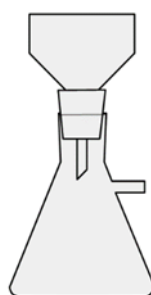


Abb. 2:
Saugflasche mit
Büchnertrichter und
Filterpapier

3. Versuchsdurchführung ⁽⁴⁾

In einen Dreihalskolben mit Rückflusskühler wurden 1 ml Dibenzylketon (5mmol) und 1,05 g Benzil (5 mmol) in 10 ml Ethanol unter Erwärmen in einem Ölbad und ständigem Rühren mit einem Rührfisch gelöst (siehe Abb. 1). Nach dem Lösen wurde mit Hilfe einer Pipette ein Plätzchen Kaliumhydroxid (etwa 0,15 g), gelöst in 2 ml Ethanol, hinzugegeben und mit 2 ml Ethanol nachgespült. Das Reaktionsgemisch wurde danach für 15 Minuten unter Rückfluss gekocht und kam danach für eine halbe Stunde ins Eisbad. Das auskristallisierte Produkt wurde dann gefiltert und abgesaugt und mit 5ml zuvor in einem Eisbad gekühlten Ethanol gewaschen (vgl. Abb. 2). Es wurde ein schwarzer Feststoff erhalten.

4. Ergebnisse und Analytik

Ausbeute: Produkt: 1,92 g (58 % der theoretischen Ausbeute)

Schmelzpunkt: Produkt: 219 °C (217 °C - 220 °C) ⁽³⁾

IR-Banden: 3054 cm⁻¹ C-H-Valenzschwingungen (in Aromaten)
 1706 cm⁻¹ C=O-Valenzschwingungen (in Ketonen)
 1596 cm⁻¹ und 1571 cm⁻¹ C=C-Valenzschwingungen (in Aromaten)
 715 cm⁻¹ und 688 cm⁻¹ C-H-Deformationsschwingung (in Aromaten)

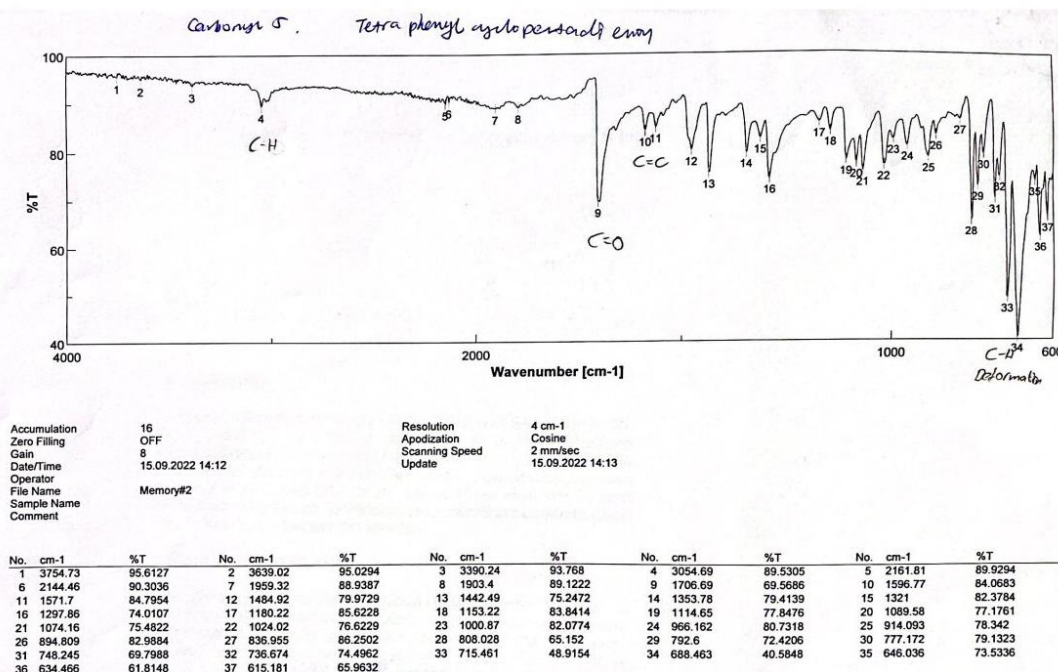


Abb. 3: IR-Spektrum des hergestellten Tetraphenylcyclopentadienon

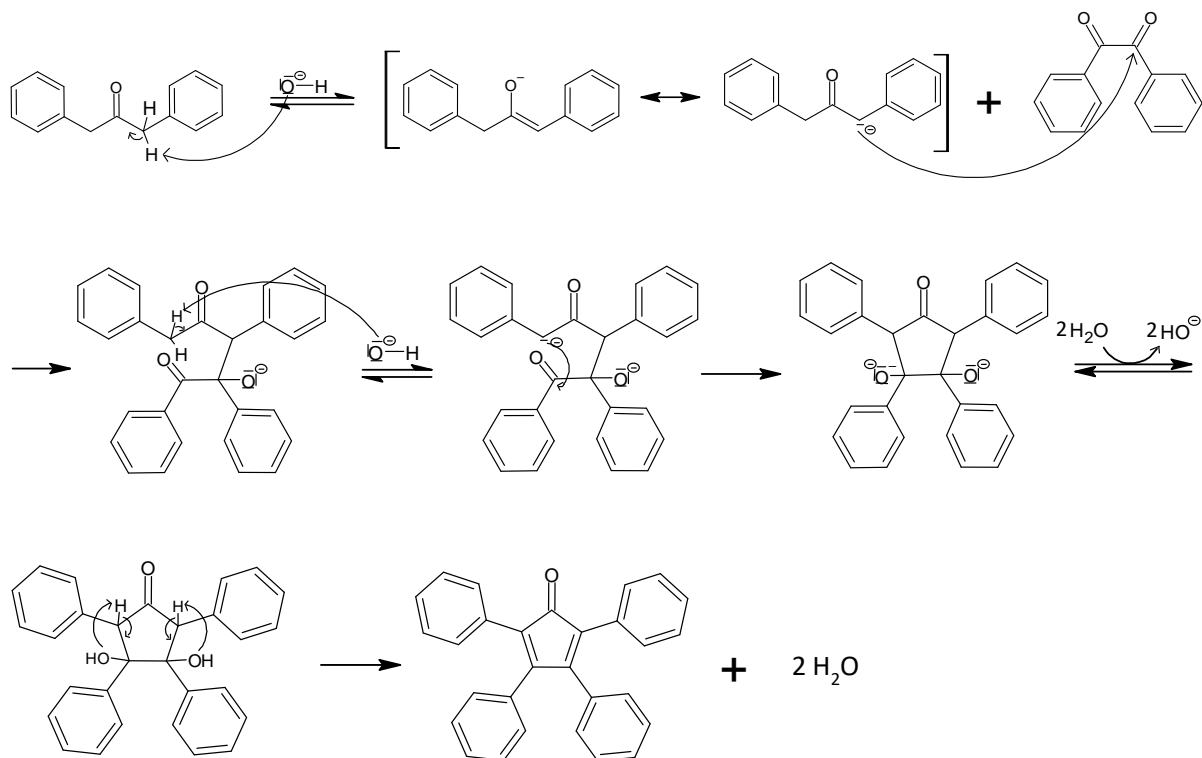
5. Antworten zu den Fragen aus Versuchsvorschriften

1) Beim Hinzugeben des Kaliumhydroxids wird das Reaktionsgemisch dunkellila.

6. Reaktionsmechanismus

Bei der Reaktion handelt es sich um eine basenkatalysierte Aldolkondensation.

Das Hydroxidion greift am α -Kohlenstoff des Benzils an und deprotoniert dieses. Dadurch kommt es zur Bildung eines Enolats. Dieses greift nun nucleophil eines der Carbonylkohlenstoffe des Dibenzylketons an, wodurch die Doppelbindung der Carbonylgruppe zum Sauerstoff klappt und dieser nun negativ geladen ist. Durch eine weitere Deprotonierung des zweiten α -Kohlenstoffs mit Hilfe eines Hydroxidions bildet sich wieder ein Enolat, welches nun auf gleiche Weise nucleophil an der zweiten Carbonylgruppe des Dibenzylketons angreift. Die beiden negativ geladenen Sauerstoffe deprotonieren nun Wasser wodurch sie zur Hydroxidgruppen werden, außerdem entstehen wieder zwei Hydroxidionen. Folglich kommt es zur Kondensationsreaktion, es werden also zwei Wassermoleküle abgespalten und die Elektronenpaare die zuvor an den α -Kohlenstoffen eine Bindung zum Wasserstoff gebildet haben klappen nun nach innen und bilden Doppelbindungen aus.



7. Literatur

- (1) GESTIS-Stoffdatenbank. <https://gestis.dguv.de/data?name=037790>, aufgerufen am 05.10.2022
- (2) Merck. <https://www.sigmaaldrich.com/DE/de/product/aldrich/d204609>, aufgerufen am 05.10.2022
- (3) Merck. <https://www.sigmaaldrich.com/DE/de/product/aldrich/t25801>, aufgerufen am 05.10.2022
- (4) Versuchsanleitung. „5.3.6 Reaktion von Dibenzylketon mit Benzyl in Gegenwart von KOH“. Goethe Universität Frankfurt am Main