

Eksperiment 10 - Aldolkondensasjon

Sammendrag

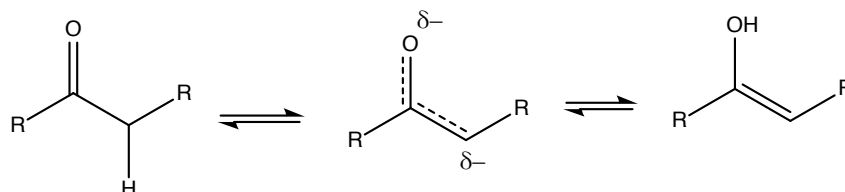
I dette forsøket ble tetrafenylpentadienon syntetisert ved aldolkondensasjon med benzil og 1,3-difenylpropan-2-on, og isolert i 92.2% utbytte. TLC-analyse av produktet viste ingen urenheter.

1 Teori

1.1 Enolater^[1]

Et enol er en karbonylforbindelse med en dobbeltbinding og en hydroksi-gruppe festet på samme karbon. Et enol ligger i likevekt med ketonet eller aldehydet som vil dannes dersom hydrogenet i hydroksi-gruppen flyttes til α -karbonet, som vist i Figur 1.1. Et keton og det samsvarende enolet er tautomere, og et enolat er den korresponderende basen til begge forbindelsene i et tautomert par. Den negative ladningen i et enolat er delokalisert mellom oksygenet og det karbonet som har blitt deprotonert.

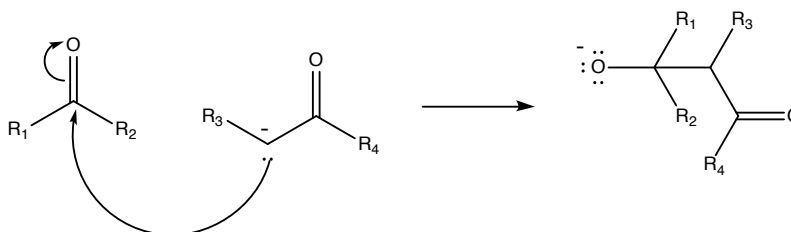
Enolater kan dannes ved både syre- og basekatalyse, og fungere som nukleofiler. Fordi den negative ladningen i molekylet delvis ligger på et karbon kan det brukes til å danne nye karbon-karbon bindinger.



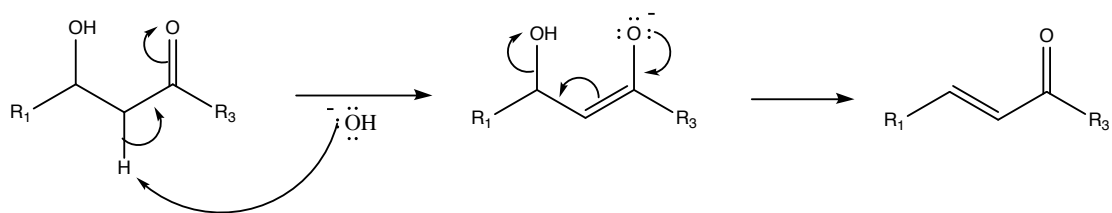
Figur 1.1: Enoler og ketoner ligger i likevekt, et enolat er den korresponderende basen til både ketonet og enolen.

1.2 Aldolreaksjoner^[2]

Når to ketoner eller aldehyder reagerer ved at det ene omdannes til et enolat, for så å fungere som nukleofil som adderes til karbonylgruppen på det andre slik at det dannes et β -hydroksi aldehyd eller keton, som vist i Figur 1.2 kalles dette en aldoladdisjon. Produktet etter en aldoladdisjon kan ofte dehydreres under basekatalyse, som vist i Figur 1.3. Summen av en aldoladdisjon og den påfølgende dehydreringen kalles en aldolkondensasjon. En aldolkondensasjon kan skje intramolekylært, og på den måten føre til syklisering av en forbindelse.

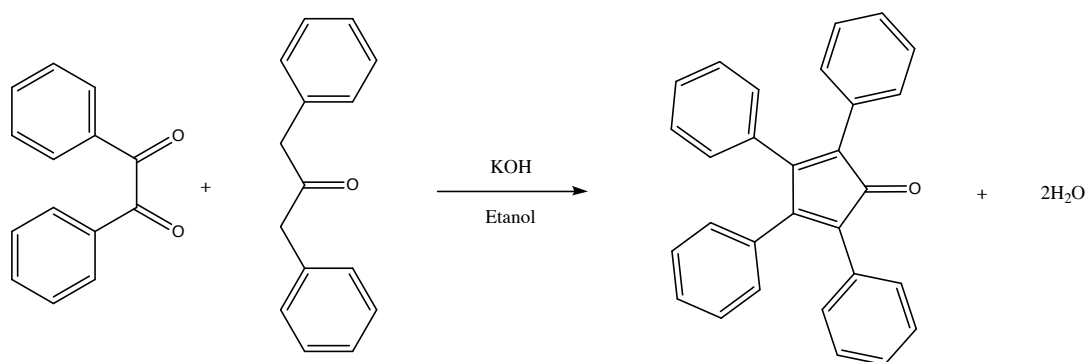


Figur 1.2: Mekanisme for en aldoladdisjon



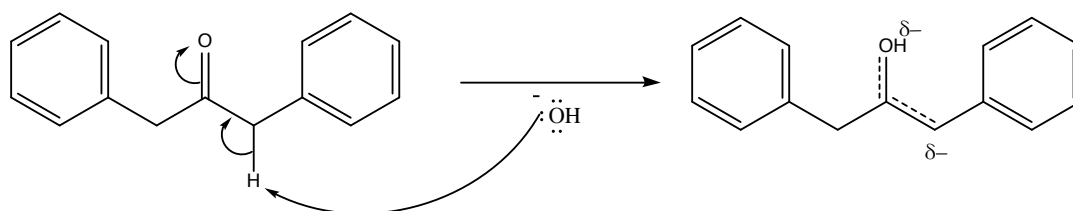
Figur 1.3: Mekanismen for dehydrering av et aldol

2 Reaksjonslikning

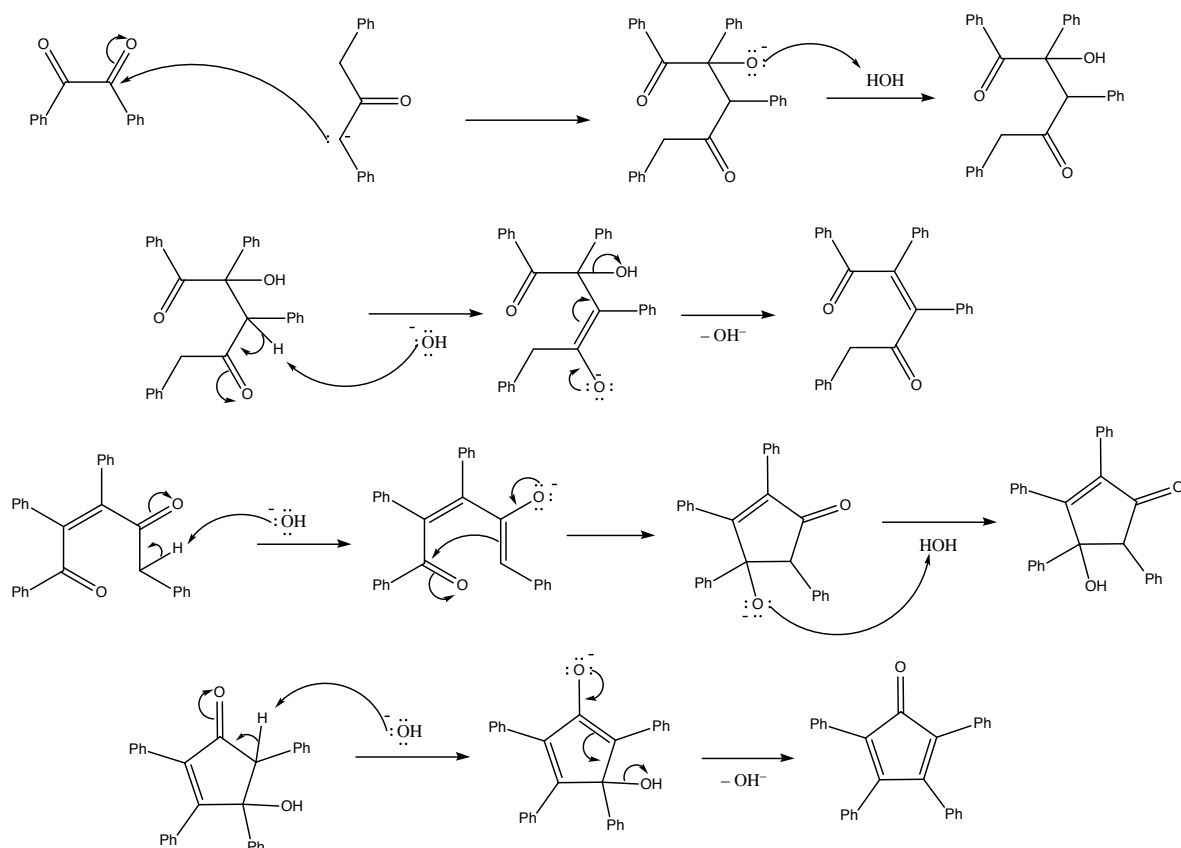


Figur 2.1: Reaksjonslikning for aldolkondensasjonen i forsøket.

3 Reaksjonsmekanisme



Figur 3.1: Reaksjonsmekanisme for dannelsen av enolatet



Figur 3.2: Reaksjonsmekanisme for aldolkondensasjonen

4 Fysikalske data

Tabell 4.1: Relevante fysikalske data^[3]

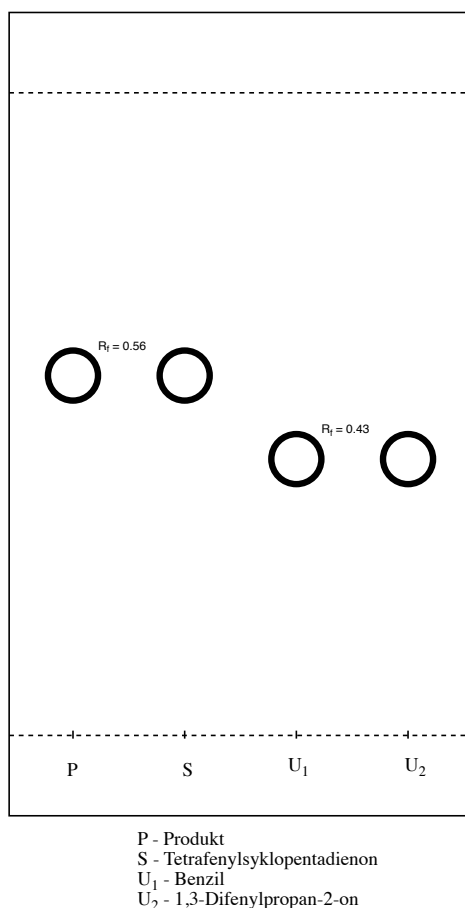
Forbindelse	Molar masse [g mol ⁻¹]
Benzil	210.22
1,3-Difenylpropan-2-on	208.23
Tetrafenylsyklopentandienon	384.45

5 Eksperimentelt

1,3-Difenylpropan-2-on (1.35 g, 6.43 mmol) ble tilsatt benzil (1.08 g, 5.13 mmol) og etanol (96%, 33 mL). Blandingen ble kokt med tilbakeløp i 16 minutter under omrøring. Blandingen ble kjølt til krystaller ble felt ut. Krystallene ble filtrert og vasket (vann, × 70 mL), pH ble målt til 7-8. Krystallene ble vasket med etanol (96%, 0 °C, 25 mL). Krystallene ble tørket over vakuum og analysert ved TLC (SiO₂, *n*-pentan/acetone, 9:1) med kokromatografi med standard av tetrafenylsyklopentandienon, benzil og 1,3-difenylpropan-2-on.

6 Resultater

Produktet ble veid til 1.77 g, dette tilsvarer 4.73 mmol og et utbytte på 92.2%. Resultatet av tynnsjiktsanalysen er vist i Figur 6.1.



Figur 6.1: Resultat av tynnsjiktsanalyse

7 Diskusjon

Utbyttet på 92.2% er høyt, og tynnsjiktsanalysen viser ingen forurensninger av utgangsstoffene, eller eventuelle biprodukter. Det høye utbyttet kan likevel skyldes at produktet inneholder noe vann eller etanol, ettersom det kun ble tørket over vakuum.

Produktet ble vasket med vann for å vaske ut KOH og H₂O fra produktet, og med etanol for å vaske ut eventuelle rester av utgangsstoff og biprodukt fra selvkondensasjon, i tillegg til rester av vann slik at produktet kunne tørkes lettere.

Konsekvensene av selvkondensering kan minimeres ved å koke reaksjonsblandingen lenge, og sørge for basiske forhold. Likevekten ved aldoladdisjon hvor et enolat adderes til et keton er i utgangspunktet skjøvet mot dannelsen av ketonet, og retro-aldol reaksjonen, dvs. gjendannelsen av to ketoner fra et aldol som ble dannet ved selvkondensering kan basekatalyseres. Hvis 1,3-difenylpropan-2-on i tillegg tilføres sakte til reaksjonsblandingen, slik at konsentrasjonen hele tiden er lav vil

Trondheim, 19. juni 2019

Vegard G. Jervell

Referanser

- [1] G. Solomons, C. Fryhle, and S. Snyder, *Organic Chemistry*. Singapore: Wiley, 11th ed., **2014**. s. 820-830
- [2] G. Solomons, C. Fryhle, and S. Snyder, *Organic Chemistry*. Singapore: Wiley, 11th ed., **2014**. s. 865-880
- [3] A. Blackman, *SI Chemical Data 7th Edition*. John Wiley & Sons Australia, Ltd., 2014.