

## Eksperiment 6 - Reduksjon av 9-fluorenon

### Sammendrag

I dette forsøket ble 9-fluorenon syntetisert ved reduksjon av 9-fluorenon. Produktet ble isolert i 156% utbytte med svært lite forurensninger av utgangsstoffet.

## 1 Teori

### 1.1 Organiske red./oks. reaksjoner

Organiske molekyler kan reduseres eller oksideres ved å hhv. redusere eller øke antall oksygenatomer i forbindelsen, eller ved å hhv. øke eller redusere antall hydrogenatomer i forbindelsen. Mer generelt vil et karbonatom i en organisk forbindelse reduseres når det danner bindinger til et atom som er mindre elektronegativt enn karbon, og oksideres når det danner bindinger til et atom som er mer elektronegativt enn karbon<sup>[1]</sup>.

### 1.2 Ulike karbonylgruppers red./oks. egenskaper

En karboksylsyre kan reduseres til et aldehyd, som videre kan reduseres til et primært alkohol som vist i likning ???. I denne prosessen vil det første reduksjonstrinnet kreve et mye sterkere reduksjonsmiddel enn det andre, da det er vanskeligere å redusere en karboksylsyre enn et aldehyd. En ester kan reduseres til to primære alkoholer som vist i likning ??, i likhet med karboksylsyrer er estere svært vanskelige å redusere, og krever derfor sterke reduksjonsmidler.

Et eksempel på et reduksjonsmiddel som er kraftig nok til å redusere estere og karboksylsyrer er litiumaluminiumhydrid ( $\text{LiAlH}_4$ ). Dette er et reduksjonsmiddel som reagerer kraftig og eksotermt med protondonorer under utvikling av hydrogengass som vist i likning ???. Et vanlig løsemiddel ved bruk av  $\text{LiAlH}_4$  er dietyleter, ettersom dette ikke inneholder noen svakt sure proton.

Aldehyder og ketoner kan reduseres til hhv. primære og sekundære alkoholer. Disse er lettere å redusere enn karboksylsyrer og estere, dermed kan et svakere reduksjonsmiddel benyttes. Et eksempel på et slikt reduksjonsmiddel er natriumborhydrid ( $\text{NaBH}_4$ ). Dette vil ikke reagere med svake protondonorer som vann på samme måte som  $\text{LiAlH}_4$ . Av sikkerhetsmessige årsaker er det derfor foretrukket å bruke  $\text{NaBH}_4$  der dette er et sterkt nok reduksjonsmiddel<sup>[2]</sup>.

### 1.3 Tynnsjiktanalyse

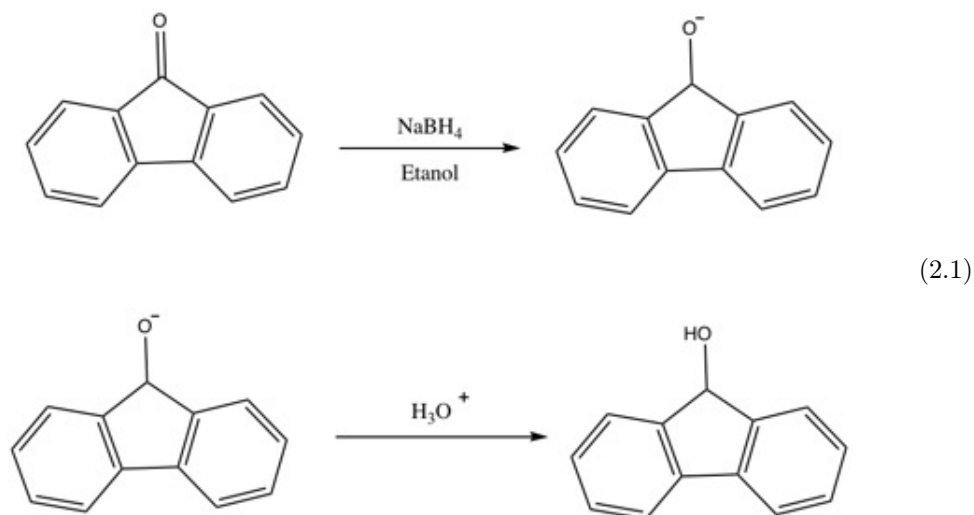
Tynnsjiktanalyse benytter seg av at forskjellige stoffer har forskjellig affinitet for polare eller upolare løsemidler og overflater for å separere dem. Det benyttes en stasjonærfase og en mobilfase med forskjellig grad av polaritet. Eksempelvis kan det benyttes en stasjonærfase av silica eller alumina og en mobilfase bestående av etylacetat og pretrøleumseter<sup>[3]</sup>.

Separasjonen utføres ved at en prøve appliseres på stasjonærfasen, for så å la mobilfasen bli trukket gjennom stasjonærfasen av kapillærkrefter. En forbindelse som har høy affinitet for den mobile fasen vil bli trukket raskere oppover gjennom stasjonærfasen, mens forbindelser med

lavere affinitet for mobilfasen vil bevege seg saktere. Som et på på hvor godt en forbindelse følger med mobilfasen brukes  $R_f$ -verdier, definert som i likning 1.1.

$$R_f = \frac{\text{Vandringslengde forbindelse}}{\text{Vandringslengde mobilfase}} \quad (1.1)$$

## 2 Reaksjonslikning



## 3 Fysikalske data

**Tabell 3.1:** Molare masser for relevante forbindelser

| Forbindelse | Molar masse [g mol <sup>-1</sup> ] |
|-------------|------------------------------------|
| 9-fluorenon | 180,2                              |
| 9-fluorenol | 182,2                              |

## 4 Eksperimentelt

9-Fluorenon (0.70 g, 3.9 mmol) ble løst i etanol (96%, ca. 20 mL). Natriumborhydrid (0.27 g) ble løst i vann (ca. 0 °C, 5 mL). 9-Fluorenonløsningen ble tilsatt natriumborhydridløsningen, blandingen ble rørt (ca. 5 min.).

Blandingen ble tilsatt vann (ca. 0 °C, 30 mL), deretter ble saltsyre tilsatt til blandingen var sur (pH ≈ 3). Væskefasen ble dekantert og filtrert, produktet ble vasket med vann (ca. 0 °C) tre ganger og tørket over vakuum.

## 5 Resultater

Maksimalt teoretisk utbytte for reaksjonen var 0.0039 mol, som tilsvarer 0.71 g. Massen av råprodukt ble bestemt til 1.11 g, dersom produktet antas rent tilsvarer dette 0.0061 mol. Ren-

heten til produktet ble analysert ved tynnsjiktsanalyse, resultatet av denne er vist i tabell 5.1.

**Tabell 5.1:** Resultat av tynnsjiktsanalyse

| Forbindelse | R <sub>f</sub> |
|-------------|----------------|
| Produkt     | 0,29           |
| 9-fluorenol | 0,29           |
| 9-fluorenon | 0,5            |

## 6 Diskusjon

Ettersom utbyttet av råprodukt var godt over 100% er det umulig å si noe nøyaktig angående utbyttet av rent produkt.

Produktet ble karakterisert, og renheten analysert ved tynnsjiktsanalyse. Denne viste tilnærmet ingen forurensninger av utgangsstoffet i råproduktet. I tillegg var det umulig å skille produktet fra en standardprøve av 9-fluorenol ved tynnsjiktsanalyse. Dette tyder på at råproduktet består av 9-fluorenol, med forurensninger av vann, ettersom vann ikke gir utslag på tynnsjiktsanalysen. Vannet kan fjernes ved varmebehandling ettersom 9-fluorenol har et smeltepunkt godt over 100 °C.

Saltsyre ble tilsatt etter reduksjonen for å nøytralisere rester av reduksjonsmiddelet og å protonere deprotonert 9-fluorenol.

Trondheim, 19. juni 2019

---

Vegard G. Jervell

## Referanser

- [1] E. E. Jacobsen, førsteamanuensis. Forelesning, TKJ4102, Organisk kjemi grunnkurs.
- [2] G. Solomons, C. Fryhle, and S. Snyder, *Organic Chemistry*. Singapore: Wiley, 11th ed., **2014**. s. 544-546
- [3] L. Harwood, C. Moody, and J. Percy, *Experimental Organic Chemistry: Standard and Microscale*. Oxford: Wiley, 2nd ed., **1999**. s. 131-136

## 7 Vedlegg, kontrollspørsmål

Et annet reduksjonsmiddel som kan benyttes i dette forsøket (reduksjon av et keton) er  $\text{LiAlH}_4$ . Dette er et sterkere reduksjonsmiddel enn  $\text{NaBH}_4$ , men vil reagere kraftig med alkoholer og andre protondonorer, det er derfor av sikkerhetsmessige årsaker ønskelig å benytte  $\text{NaBH}_4$  der dette er et tilstrekkelig sterkt reduksjonsmiddel.

Tilstedeværelse av 9-fluorenon i produktet kan analyseres ved smeltepunktsanalyse, da 9-fluorenon og 9-fluorenonol har svært forskjellige smeltepunkt.

Det var ingen forurensninger i produktet som var synlige under tynnsjiktanalyse. Forurensninger består da sannsynligvis i all hovedsak av vann som kan fjernes ved varmebehandling. Produktet har et smeltepunkt godt over  $100^\circ\text{C}$ , altså er varmebehandlig en god måte å fjerne vann på.