

Eksperiment 7 - Etersyntese

Sammendrag

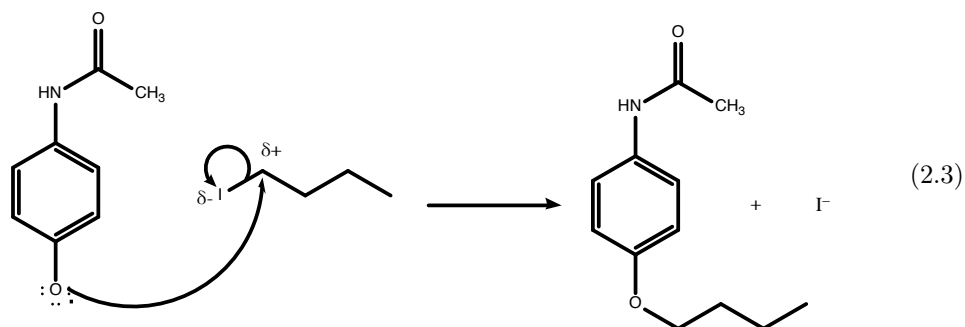
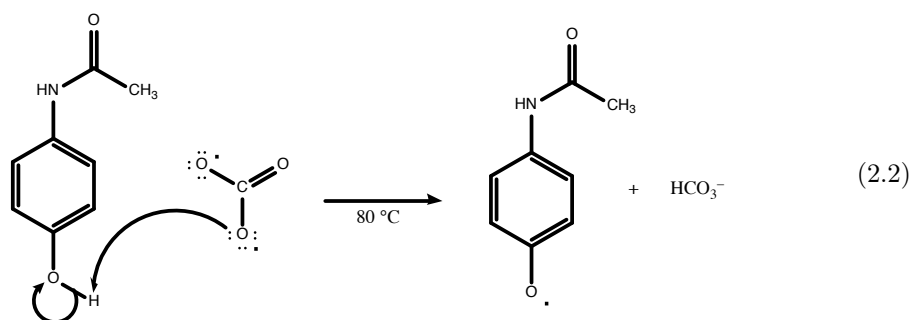
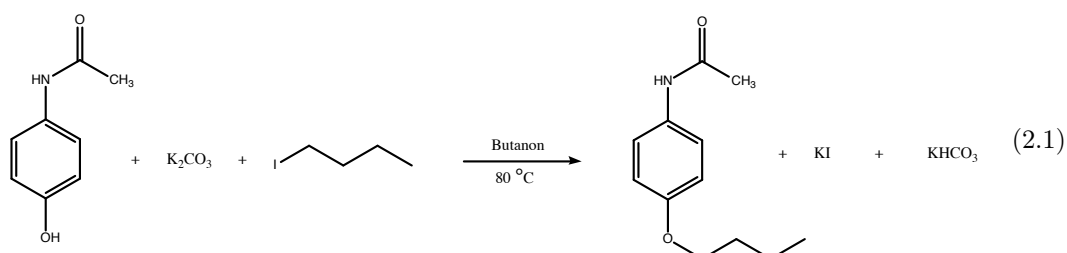
I dette forsøket ble 4-butoksyacetanilid syntetisert ved en Williamson etersyntese og isolert i høy renhet med 66% utbytte.

1 Teori

Williamson etersyntese er en metode som kan brukes for å syntetisere asymmetriske etere. Et alkoksid reagerer som nukleofil i en S_N2 reaksjon som vist i likning 2.3. Dette alkoksidet kan dannes *in situ* ved dehydrering av et alkohol som vist i likning 2.2^[1].

Som ved andre S_N2 reaksjoner vil eliminasjon være en konkurrerende reaksjon, og et primært alkylhalid være det optimale substratet mtp. reaksjonshastighet og konkurrerende reaksjoner. Substratet kan ikke være tertiært^[2].

2 Reaksjonslikning og mekanisme



3 Fysikalske data

Tabell 3.1: Relevante fysikalske data^[3]

Forbindelse	Molar masse [g mol ⁻¹]	Kp. v/ 1 atm [°C]	Kp. v/ 20 °C [atm]	Tetthet [g mL ⁻¹]
Paracetamol	151,2	-	-	-
4-butoxyacetanilid	207,3	-	-	-
1-Jodbutan	184,0	-	-	1,6
Butanon	72	80	0.102	-
Dietyleter	74	34	0.579	-

4 Eksperimentelt

Paracet (0.49 g, 3.2 mmol) og K₂CO₃ (0.52 g, 3.8 mmol) ble løst i butanon (5 mL), 1-jodbutan (0.40 mL, 3.5 mmol) ble tilsatt løsningen. Blandingen ble kokt med tilbakeløp i 60 minutter og kjølt til romtemperatur.

Vann (5 mL) ble tilsatt blandingen, væsken ble pipetert til en skilletrakt. Beholderen som ble brukt til koking ble vasket med dietyleter (3 x 1 mL), som ble overført til skilletrakten. Ekstraksjon ble utført.

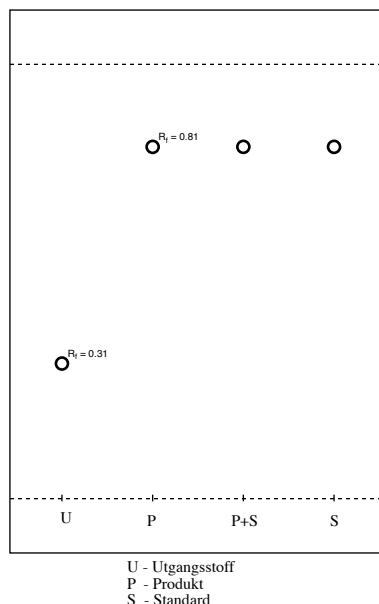
Vannfasen ble ekstrahert med dietyleter (4 x 2.5 mL). Den kombinerte eterfasen ble vasket to ganger med NaOH (5%, 2.5 mL), ekstrahert med natriumkloridløsning (NaCl, mettet, 2.5 mL) og tørket over vannfri magnesiumsulfat (ca. 2 skjeer).

Eterløsningen ble filtrert gjennom en pipette med glassull, og dampet inn under redusert trykk.

Produktet ble veid og analysert ved tynnsjiktskromatografi (SiO₂, *n*-pentan/acetone, 5:2) med kokromatografi med standarder av paracetamol og 4-butoxyacetanilid.

5 Resultater

Produktet ble veid til 0.44 g, dette tilsvarer 2.1 mmol og et utbytte på 66%. Resultatet av tynnsjiktsanalysen av produktet er vist i figur 5.1.



Figur 5.1: Visualisering av resultatet fra tynnsjiktsanalysen

6 Diskusjon

Utbyttet på 66% ble beregnet med antagelse om rent produkt og utgangsstoff. TLC-analyse viste at produktet var svært rent, altså er det første en god antagelse. Utgangsstoffet var paracet, som i tillegg til paracetamol inneholder paracet pregelatinisert stivelse, povidon og stearinsyre^[4], dette vil føre til at reel mengde paracetamol som blir veid ut er lavere enn mengden paracet som ble veid ut.

Tap av produkt kan skyldes for dårlig ekstraksjon og for kort koketid. Fravær av forurensninger av utgangsstoffet i produktet viser at all paracetamol enten reagerte under koking eller ble vasket ut med natriumhydroksid. Altså var det relativt små mengder ureagert paracetamol tilstede etter kokingen, da alle restene ble vasket ut. Uppreis ekstraksjon er da sannsynligvis den viktigste kilden til tap av produkt.

Eterløsningen ble vasket med natriumhydroksid for å deprotonere og ekstrahere eventuelle ureagerte rester av paracetamol fra produktet.

Reaktantene paracetamol, kaliumkarbonat og 1-jodbutan reagerer i et 1:1:1 forhold. Altså var begrensende reaktant paracetamol, da det ble tilsatt minst av dette.

Trondheim, 19. juni 2019

Vegard G. Jervell

Referanser

- [1] G. Solomons, C. Fryhle, and S. Snyder, *Organic Chemistry*. Singapore: Wiley, 11th ed., 2014. s. 517-522
- [2] E. E. Jacobsen, førsteamanuensis. Forelesning, TKJ4102, Organisk kjemi grunnkurs.
- [3] A. Blackman, *SI Chemical Data 7th Edition*. John Wiley Sons Australia, Ltd., 2014.
- [4] K. Apotek. <https://www.komplettapotek.no/product/860321/smerte/tannverk/paracet-tabletter-500mg#>, oktober 2018.
- [5] Sigma-Aldrich. <https://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/aldrich/637688?lang=en®ion=NO>, oktober 2018.

Vedlegg, kontrollspørsmål

Produktsrenhet kan analyseres ved smeltepunktsanalyse, da 4-butoxyacetanilid har et smeltepunkt som er veldig forskjellig fra både utgangsstoffene og løsemiddelet ^[5].

Dersom det er rester av ureagert paracetamol i produktet kan disse vaskes ut med NaOH, men aller helst bør reaksjonsblandingen kokes lengre.

TLC brukes nesten utelukkende til kvalitativ analyse av forbindelser.

Ved høyere kokepunkt vil den konkurrerende E2 reaksjonen til S_N2 reaksjonen som danner eteren favoriseres, og det vil dannes buten.