

Eksperiment 8 - Grignardreaksjon

Sammendrag

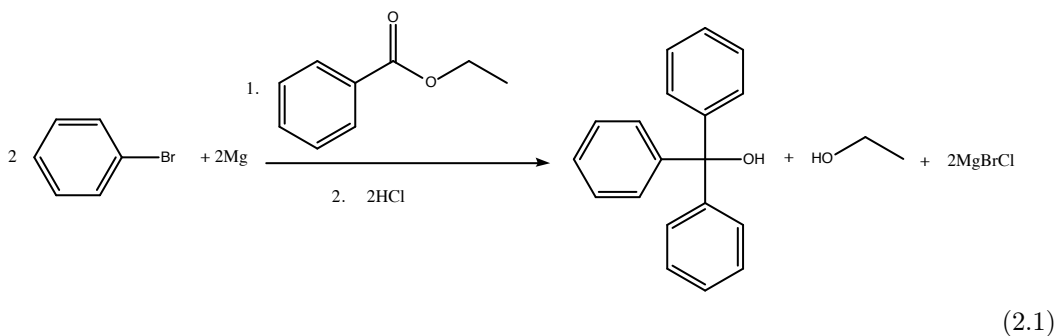
I dette eksperimentet ble det syntetisert trifenylmetanol ved reaksjon med Grignard reagens. Det ble gjennomført tynnsjiktanalyse som viste at produktet var rent. Utbyttet av trifenylmetanol var 48%.

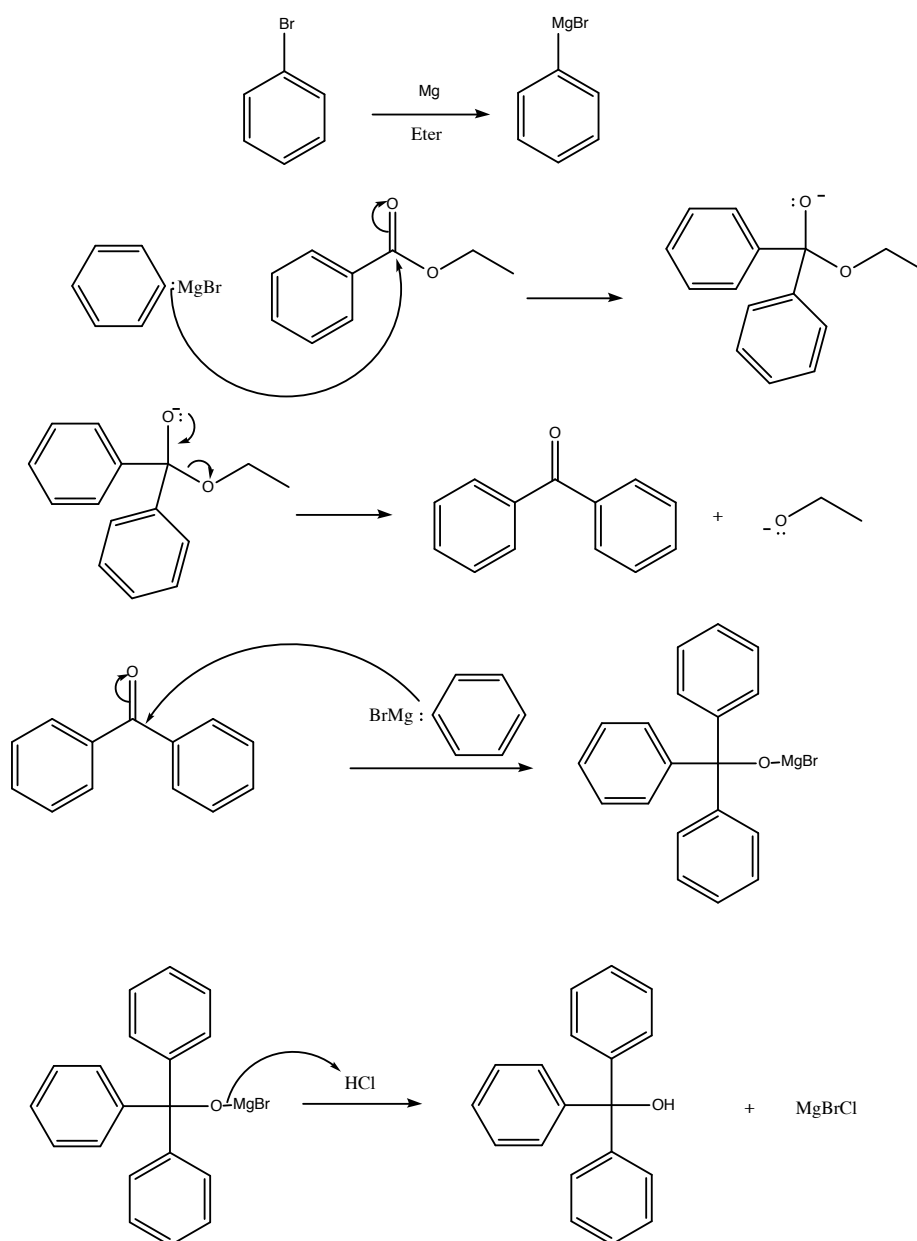
1 Teori

Grignard reagenser dannes ved reaksjon av et alkylhalid og magnesiummetall i tørt miljø. Grignard reagenser er nukleofile og brukes i syntese av alkoholer, som også får nye bindinger mellom to karbonatomer. Reaksjon med Grignard reagens med aldehyder og ketoner gir henholdsvis sekundære alkoholer og tertiære alkoholer. Dersom det skjer reaksjon med formaldehyd og Grignard reagens dannes en primær alkohol. Estere reagerer i én-til-to forhold med Grignard reagens, og det dannes tertiære alkoholer.^[1]

Mekanismen for reaksjon med Grignard reagens og en karbonylforbindelse begynner med at grignardreagenset bruker et elektronpar til å binde seg til karbonet i karbonylgruppen. Et elektronpar i karbonylgruppen hopper da til oksygenet, så det dannes et alkoksid. Syre tilsettes for å protonere alkoksidet til en alkohol.^[1]

2 Reaksjoner





Figur 2.1: Mekanisme for reaksjonen i likning (2.1)

3 Fysikalske data

Tabell 3.1: Relevante fysikalske data^[2]

Forbindelse	Molar masse [g mol ⁻¹]
Brombenzen	157,02
Magnesium	24,31
Etylbenzoat	150,18
Trifenylmetanol	263,33

4 Eksperimentelt

Grignardreagens ble dannet ved at magnesiumspon (0.97 g, 39.9 mmol) ble behandlet med morter, tilsatt jod (3 krystaller) og varmet til lilla damp ble observert. Brombenzen (4.63 g, 30.1 mmol) ble blandet med dietyleter (20 mL) og tilsatt til magnesiumsponet gradvis under omrøring i løpet av 40 minutter slik at blandingen kokte med tilbakeløp.

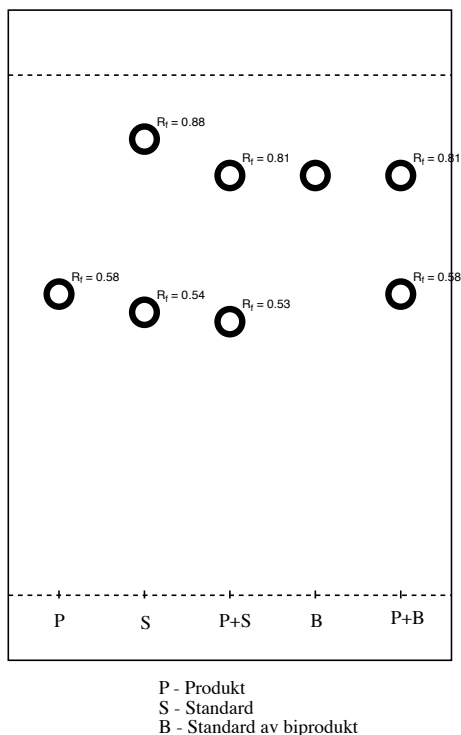
Grignardreagenset ble tilsatt en blanding av etylbenzoat (1.53 g, 10.2 mmol) og dietyleter (10 mL) dråpevis under omrøring og kjøling i isbad. Blanding ble kokt med tilbakeløp i 30 minutter. Deretter ble væsken dekantert over i en blanding av is (11 g) og vann (15 mL). Saltsyre (3M, 15 mL) ble tilsatt, pH ble målt.

Eterfasen ble skilt fra vannfasen, vannfasen ble ekstrahert med dietyleter (2 × 15 mL). De tre eterfasene ble slått sammen, vasket med NaCl (mettet, 20 mL) og tørket over vannfri magnesiumsulfat i 10 minutter. Løsningen ble dampet inn under redusert trykk.

Produktet ble vasket med *n*-pentan (3 × 7 mL), dampet inn ved redusert trykk, veid og analysert ved TLC (SiO₂, petroleumseter/etylacetat, 4:1) med kokromatografi med en standard av trifenylmetanol og en standard av bifenyl.

5 Resultater

Produktet ble veid til 1.29 g, dette tilsvarer 4.90 mmol og et utbytte på 48%. Resultatet av tynnsjiktsanalysen er vist i figur 5.1.



Figur 5.1: Resultat av tynnsjiktsanalyse

6 Diskusjon

Utbyttet på 48% er beregnet med en antagelse om rent produkt. Tynnsjiktsanalysen viser at dette er en god antagelse. Dersom brombenzen reagerte fullstendig og under helt tørre betingelser var grignardreagens i stort overskudd under reaksjonen. Dersom grignardreagens skulle vært begrensende reaktant, måtte under 67% av brombenzenet reagert til grignardreagens. Tap av produkt vil skyldes altså sannsynligvis dannelse av biprodukter, utilstrekkelig ekstraksjon og eventuelt tilsats av for mye saltsyre.

En måte å måle hvor mye brombenzen som hadde reagert ville vært å veie magnesiumet som var igjen etter dannelsen av grignardreagens. Det er likevel usikkerhet forbundet med dannelse av biproduktet bifenyl og nedbrytning av grignardreagens som følge av fuktighet. Denne usikkerheten kunne blitt minimert ved å varmebehandle utstyr før bruk, og ved å tilsette brombenzen saktere til reaksjonsblandingen.

Produktet ble vasket med *n*-pentan for å fjerne forurensninger av bifenyl, ettersom bifenyl er mye mer løselig i *n*-pentan enn trifenylnmetanol.

Syre tilsettes for å protonere den korresponderende basen til trifenylnmetanol, som dannes etter reaksjon med grignardreagens.

Trondheim, 19. juni 2019

Vegard G. Jervell

Brian S. A. Juvik

Referanser

- [1] G. Solomons, C. Fryhle, and S. Snyder, *Organic Chemistry*. Singapore: Wiley, 11th ed., **2014**. s. 544-546
- [2] A. Blackman, *SI Chemical Data 7th Edition*. John Wiley & Sons Australia, Ltd., 2014.