

Umsetzung von Butanon mit Benzaldehyd

Reaktionstyp: Aldolkondensation

Arbeitstechniken und Methoden:

Teil 1: Standardverfahren, Feststoffdestillation

Teil 2: Einleiten von Gasen

Geräte:

Standardgeräte

Chemikalien:

Teil 1:

- Benzaldehyd (12.95 g)
- Butanon (23.0 g)
- 10%ige NaOH (125 mL)
- Diethylether (50 mL)
- Natriumsulfat
- Hexan (20 mL)

Teil 2:

- Benzaldehyd (6.4 g)
- Butanon (11.54 g)
- 10%ige NaOH (100 mL)
- Diethylether Hexan (5 mL)
- Natriumsulfat
- Hexan
- Natriumhydrogencarbonat
- Natriumchlorid
- konz. Schwefelsäure

Warnhinweise:

Benzaldehyd ist mindergiftig.

Butanon ist leicht entzündlich. Physiologisch wirkt es in erster Linie narkotisch, jedoch besteht durch die relativ starke Reizwirkung auf Augen und Atemwege eine gute Warnwirkung.

Hinweis:

Benzaldehyd zersetzt sich beim Stehenlassen relativ rasch (*Welche Verbindung entsteht dabei?*) und ist daher ohne weitere Reinigung fast immer unbrauchbar. Kontrollieren Sie die Substanz dünnschichtchromatografisch!

Zur Absolutierung wird zunächst mit wässriger Natriumcarbonat-Lösung gründlich gewaschen. (*Nötigenfalls dabei mit etwas Diethylether verdünnen*).

Die abgetrennte organische Phase wird mit Natriumsulfat getrocknet und nach dem Abtrennen des Trockenmittels am Rotationsverdampfer abdestilliert.

Wenn Sie *Butanon* nicht bei den ausstehenden Chemikalien finden, bedenken Sie, dass es auch noch unter einem anderen Namen im Handel ist!

Ausführung:

Teil 1: Basenkatalysierte Umsetzung

Frisch dest. Benzaldehyd (12.95 g), Butanon (23.0 g) und 10%ige Natronlauge (125 mL) werden 24 Stunden mit einem Magnetrührer (*großen Rührkern verwenden!*) gut durchgerührt. Die organische Phase wird abgetrennt und die wässrige zweimal mit Diethylether (je 25 mL) extrahiert. Die vereinigten organischen Phasen werden neutral gewaschen.

Nach dem Trocknen über Natriumsulfat wird der Ether abgezogen und der Rückstand einer Feststoffdestillation im Ölpumpenvakuum unterworfen. Führen Sie ein genaues Destillationsprotokoll! Das Destillat wird mit wenig eiskaltem Hexan versetzt und abgesaugt. *Bestimmen Sie Ausbeute und Schmelzpunkt!*

Destillationsprotokoll:

Fraktion	1	2	3	4
Siedepunkt (°C)				
Druck (mbar)				
Badtemp. (°C)				
Menge (g)				
Brechungsindex				

Teil 2: Säurekatalysierte Umsetzung

In ein Gemisch von frisch destilliertem Benzaldehyd (6.4 g) und Butanon (11.54 g) wird unter Eiskühlung trockenes Chlorwasserstoffgas bis zur Sättigung eingeleitet. *(Dem Praktikum steht keine Stahlflasche mit Chlorwasserstoffgas zur Verfügung! Überlegen Sie daher, wie Sie dieses Gas selbst herstellen können! Entwerfen Sie eine entsprechende Apparatur!).*

Die aus der Apparatur entweichenden Gase werden wie üblich über Natronlauge (ca. 100 mL 10%ig) aufgefangen. Verwenden Sie dazu einen einfach durchbohrten Stopfen mit Glasrohr, an dem über einen Schlauch zwei Gaswaschflaschen verbunden sind, bei dem die zweite Gaswaschflasche ca. zur Hälfte mit 10%iger Natriumhydroxid-Lösung gefüllt ist, dessen Schlauch in den Abzug führt.

Nach 24 h Stehenlassen bei Raumtemperatur im verschlossenen Reaktionsgefäß wird auf Eis/Wasser gegossen und ausgeethert. Nach dem Waschen mit Natriumhydrogencarbonat-Lösung und Wasser wird über Natriumsulfat getrocknet, das Lösungsmittel abgedampft und der Rückstand einer Feststoffdestillation im Ölpumpenvakuum unterworfen. Führen Sie ein genaues Destillationsprotokoll!

Destillationsprotokoll:

Fraktion	1	2	3	4
Siedepunkt (°C)				
Druck (mbar)				
Badtemp. (°C)				
Menge (g)				
Brechungsindex				

Die Hauptfraktion, die eventuell erst nach Anreiben mit dem Glasstab kristallisiert, wird mit Hexan (5 mL) versetzt und 30 min in einem Eisbad stehengelassen. Dann wird abgesaugt und getrocknet. Bestimmen Sie Ausbeute und Schmelzpunkt.

Ausbeute: g Schmelzpunkt.: °C

Fragen vor der Ausführung des Versuchs:

1. Geben Sie Reaktionsgleichung und Mechanismus der durchzuführenden Reaktion im Detail an. Begründen Sie den unterschiedlichen Reaktionsverlauf! Benennen Sie die Produkte korrekt!
2. Wie kann das Reaktionsende festgestellt werden?
3. Unterbreiten Sie Vorschläge zur Überprüfung der Einheitlichkeit der Produkte und deren Struktursicherung.
4. Welche Unterschiede zwischen Edukte und Produkt erwarten Sie im IR- und ¹H-NMR-Spektrum?

Aufgaben nach der Durchführung des Versuchs:

5. Sichern Sie Einheitlichkeit und Struktur der erhaltenen Substanz entsprechend Frage 3!
6. Welchen Vorteil bietet das Sättigen der Reaktionsmischung mit Chlorwasserstoff gegenüber dem Arbeiten in wässriger Salzsäure?

Literatur:

--