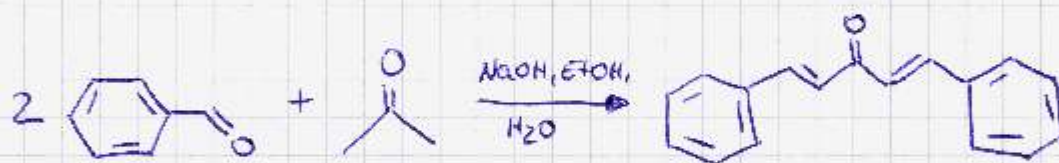


Synthese von DibenzalacetoneLiteratur:

K. L. Williamson, *Macroscale and Microscale Organic Experiments*, 3. Auflage, Houghton Mifflin Company, New York, 1999.



	Benzaldehyd	Aceton	Natriumhydroxid	Ethanol	Wasser	Dibenzalacetone
Formel	C_6H_5CHO	$(CH_3)_2CO$	$NaOH$	C_2H_5OH	H_2O	$(C_6H_5CH=CH)_2CO$
M/g/mol	106,13	58,08	39,997	46,07	18,02	234,29
n/mol	0,050	0,025	0,125	/	/	0,025
m/g	5,31	1,45	5,00	/	/	5,86
V/ml	/	/	/	40(LM)	50(LM)	/
Fp/°C	-26	-95	323	-14,5	0	112-112,5°C*
Kp/°C	179	56	1390	78,3	100	/
n_D^{20}	1,5446	/	/	/	/	/
Herkunft	Altbestand	Merck	Riedel-de Haën	VWR	Leitung	/
Reinheit	frisch destilliert	p. A.	p. A. pellets	absolut	dest.	/

* Bes. 1881, 14, 2460.

Lit: <http://www.merck-chemicals.de/>

Durchführung:

In 50ml Wasser und 40ml Ethanol werden 5g (0,125mol) Natriumhydroxid gelöst. In zwei Portionen werden 5,31g (50mmol) Benzaldehyd und 1,45g (25mmol) Aceton zugegeben und die erhaltene Mischung 0,5h bei Raumtemperatur gerührt. Der sich abscheidende Feststoff wird isoliert, mit Wasser laugenfrei gewaschen und aus Ethanol umkristallisiert.

Eigene Durchführung / Beobachtung:

25.02.2011, 8⁴⁵ Uhr: - „klassische“ Apparatur: 250ml - 3-Halskolben mit Rückflusskühler unter Normalbedingungen

- NaOH in Kolben vorgelegt, 50ml H₂O und 60ml

EtOH zugegeben, 10min bei RT gerührt bis sich

NaOH vollständig gelöst, vollst. Zugabe von Benzaldehyd
→ keine sichtbare Rkt.

9¹⁵ Uhr: - vollständige Zugabe Aceton

→ weißliches NS, das relativ schnell gelb wird, Rühren bei RT

10³⁰ Uhr: - Filtration mittels Saugflasche und Büchnertrichter

- NS mit Wasser gewaschen → in Saugflasche schied sich weißer NS ab (wird verworfen), Saugflasche gekehrt

- Trockengezogen des NS mit Wasserstrahlvakuum und Nutsche

- dann NS in 1-Halskolben überführt, Zugabe von 15ml Ethanol und erhitzt unter Rückfluss, Zugabe von weiteren 15ml EtOH → NS löste sich in Siedehitze

- heiß in Becherglas über Feststofftrichter (inkl. Rundfilter) filtriert → gelber kristalliner Feststoff hat sich sofort abgeschieden

- über Nitlagsschraube mit Uhrglas abgedeckt stehen gelassen, abgekühlte Lösung über Rundfilter / Feststofftrichter abgetrennt → zunächst an Luft getrocknet (HM 143.1)

- verbleibende Mutterlösung abgedeckt stehen gelassen (HM 143.2)

- überführt in 1-Halskolben (m = 59,456g) und ganzen Nachmittag im Vakuum getrocknet

- übers WE an Luft gelagert

28.02.2011, - T_p von HM 143.1 einheitliches Schmelzen
845 Wt : bei 111°C

L. Claisen, A. Claparède, Ber. chem. Ges. 1881,
14, 2460 : $112-112,5^\circ\text{C}$ (mittels Maxys)

- Probe zur NMR (^1H , ^{13}C , 500es, CDCl_3):

HM 143.1 $\rightarrow$ stimmt mit SD3S überein, im

^1H noch EOH enthalten $\rightarrow$ weiter im Vakuum
trocknen (3 Tage à 8h)

03.03.2011 : GC-MS abgegeben $\rightarrow$ i.O. siehe Ausdruck HM 143.1

- 1-Halskolben: $m = 64,55\text{g} \Rightarrow 4,60\text{g}$ Ausbeute
HM 143.1 (= 78,5 %)

- aus Mutterlösung weiterer Feststoff ausgefallen,
analog abgetrennt u. getrocknet $\rightarrow$ HM 143.2
 $\rightarrow$ Mutterlösung verworfen

04.03.2011 : - IR abgegeben $\rightarrow$ Auswertung der Schwingungen
siehe Ausdruck HM 143.1

- T_p von HM 143.2, einheitlich bei 111°C

$\rightarrow$ identisch mit HM 143.1, zusammengeführt,

$m = 0,5\text{g}$ (gemeinsame Bezeichnung HM 143.2)

$\hookrightarrow 5,10\text{g}$ Ausbeute (= 87,1 %)

10.03.2011 : - Elementaranalyse HM 143.2 (Doppelbestimmung)

Ber.: C 87,15 H 6,02 %

Gef.: 1) C 86,63 H 6,03 %

2) C 86,83 H 5,88 %