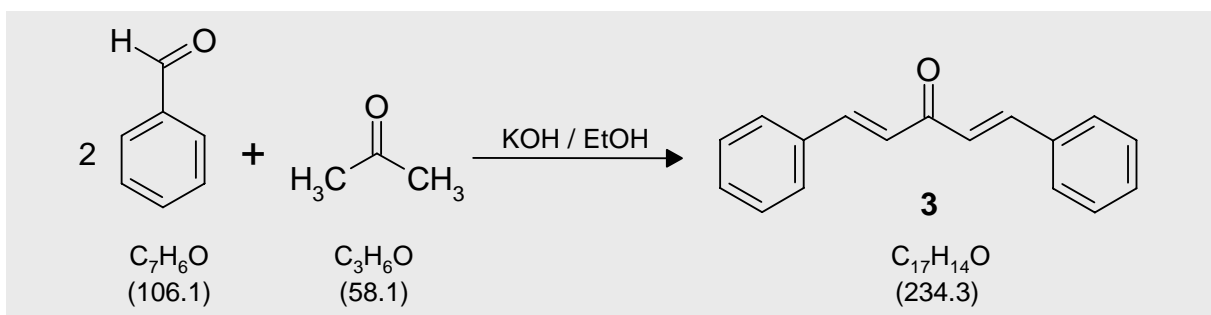


5.1.3 Kondensation von Benzaldehyd mit Aceton unter Basen-Katalyse zu 1,5-Diphenyl-1,4-pentadien-3-on (3)



Arbeitsmethoden: Umkristallisation

Chemikalien

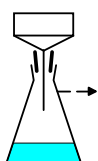
Benzaldehyd	Sdp. 179 °C. Langsame Autoxidation zu Benzoesäure, frisch destillieren!
Aceton	Sdp. 56 °C, $d = 0.79$ g/ml, Dampfdruck bei 20 °C: 233 hPa.
Ethanol	Sdp. 78 °C, $d = 0.79$ g/ml, Dampfdruck bei 20 °C: 59 hPa.
Kaliumhydroxid	Verursacht schwere Verätzungen . Sofort mit viel Wasser abspülen.
Eisessig	Schmp. 17 °C, Sdp. 118 °C, $d = 1.05$ g/ml. Verursacht schwere Verätzungen . Sofort mit viel Wasser abspülen.

Durchführung



Vor Beginn **Betriebsanweisung** erstellen.

In einem eingespannten 100-ml-Weithals-Erlenmeyer-Kolben mit Tropftrichter und Innenthermometer werden unter Rühren 0.10 mol (10.6 g, 10.1 ml) Benzaldehyd in 20 ml Ethanol und 0.05 mol (2.91 g, 3.68 ml) Aceton vorgelegt.¹ Unter Rühren lässt man eine Lösung von 0.03 mol (1.68 g) Kaliumhydroxid in 15 ml Wasser so hinzutropfen, dass die Innentemperatur nicht über 25 °C steigt. Nach beendeter Zugabe wird der Erlenmeyerkolben mit einem Uhrglas abgedeckt. Man lässt noch 3 h bei Raumtemperatur rühren und neutralisiert danach mit ca. 2 ml Eisessig (Indikatorpapier!).



Isolierung und Reinigung

Der ausgefallene Feststoff wird über einen Büchnertrichter abgesaugt und portionsweise mit je 5 ml Wasser neutral gewaschen ($\rightarrow E_1$). Das Rohprodukt wird im Vakuumexsikkator über Silicagel getrocknet und Schmelzpunkt und Ausbeute bestimmt.

Zur Umkristallisation prüfe man folgende Lösungsmittel und protokolliere das Ergebnis:

- Wasser (Sdp. 100 °C, DK 78.5) ($\rightarrow E_1$)
- Ethanol (Sdp. 78 °C, DK 24.3) ($\rightarrow E_2$)
- Essigsäureethylester (Sdp. 77 °C, DK 6.0) ($\rightarrow E_2$)

Das Rohprodukt wird aus Ethanol umkristallisiert ($\rightarrow E_2$), Ausbeute und Schmelzpunkt des umkristallierten Produktes sind zu bestimmen. Ausbeute an **3**: 85–95%, Schmp. 110–111 °C.

- ¹ Warum werden die Edukte in diesem Molverhältnis eingesetzt?
- ² Bei höheren Reaktionstemperaturen tritt Polymerisation ein!

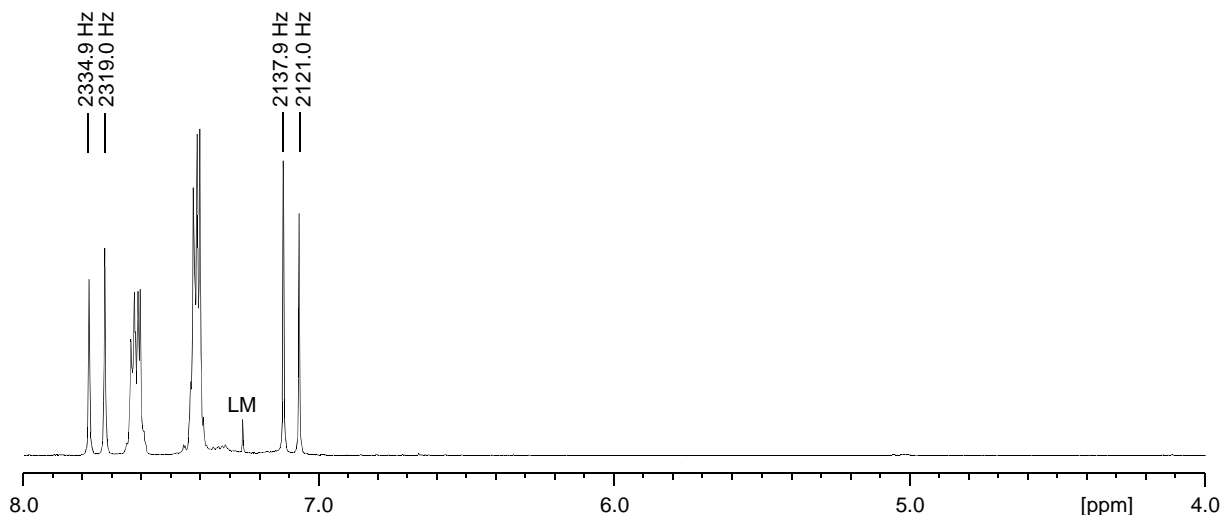
Hinweise zur Entsorgung (E)

E₁: Wässrige Lösung mit Spuren von organischen Verbindungen → Entsorgung (H₂O mit RH).

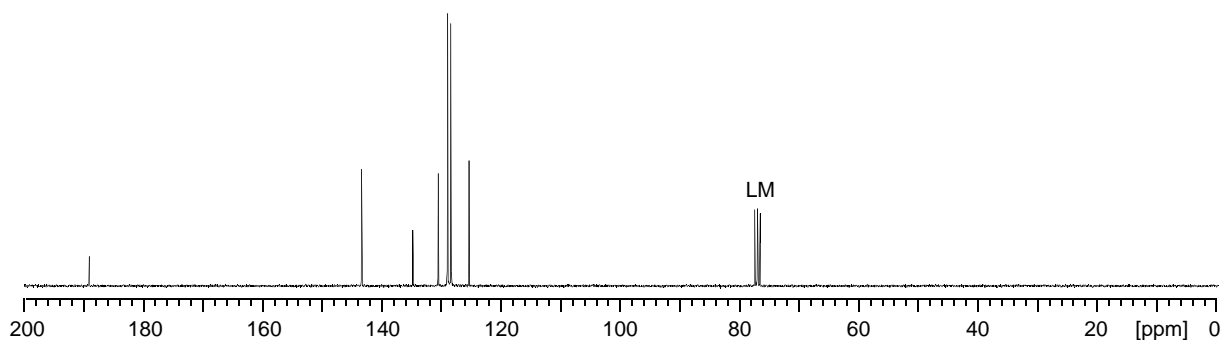
E₂: Mutterlauge mit organischen Verunreinigungen → Entsorgung (RH).

Auswertung des Versuchs

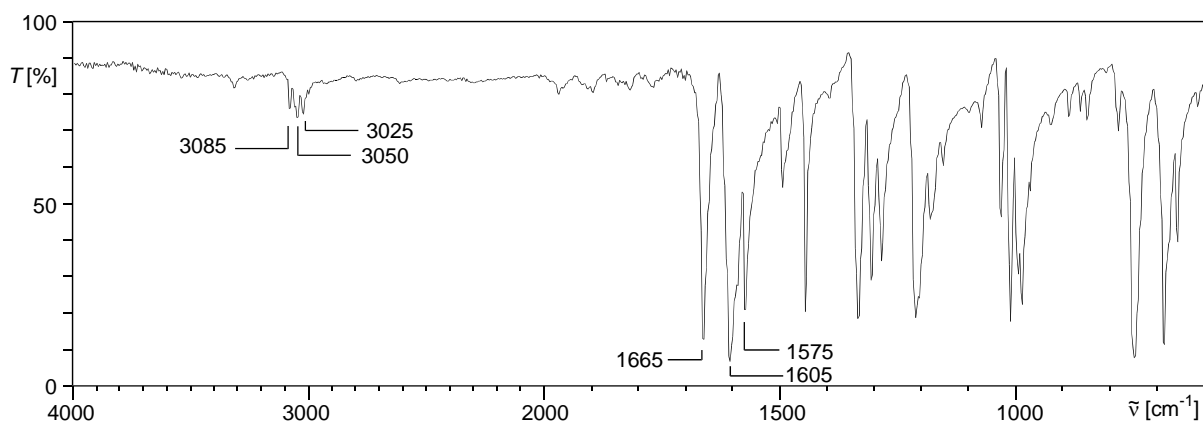
¹H-NMR-Spektrum von **3** (300 MHz, CDCl₃): δ = 7.10 (2 H), 7.35–7.48 (6 H), 7.57–7.68 (4 H), 7.75 (2 H).



¹³C-NMR Spektrum von **3** (75.5 MHz, CDCl₃): δ = 125.43 (CH), 128.46 (CH), 129.02 (CH), 130.58 (CH), 134.79 (C), 143.38 (CH), 188.98 (C).



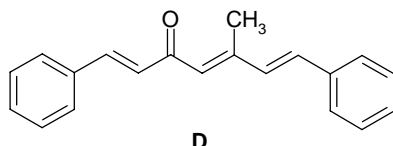
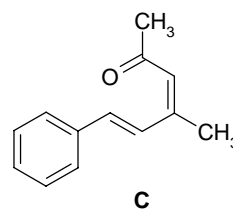
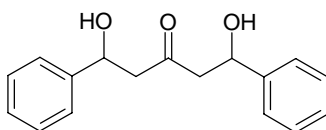
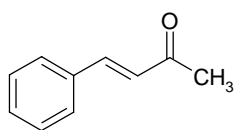
IR-Spektrum von **3** (KBr):



* Formulieren Sie den zu **3** führenden Reaktionsmechanismus.

* Vergleichen Sie das Ergebnis dieses Versuchs mit dem von [Versuch 5.1.2](#).

Weitere denkbare Reaktionsprodukte:



- * Mit welchen spektroskopischen Daten lassen sich **A–D** ausschließen?
- * Diskutieren Sie die denkbaren Reaktionsmechanismen.

Literatur, allgemeine Anwendbarkeit der Methode

Literatur, auf der dieser Versuch beruht: [1–2]. Die baseninduzierte gemischte Aldolkondensation mit einer Carbonylverbindung, die keine α -CH besitzt und nur als elektrophile Komponente reagieren kann, hat generelle präparative Bedeutung.

- [1] C.R. Conard, M.A. Dolliver in *Organic Syntheses Coll. Vol. 2* (Hrsg. A.H. Blatt), J. Wiley & Sons, New York, **1943**, S. 167–169.
- [2] B. L. Hawbecker, D.W. Kurtz, T.D. Putnam, P.A. Ahlers, G.D. Gerber, *J. Chem. Educ.* **1978**, *55*, 540–541.