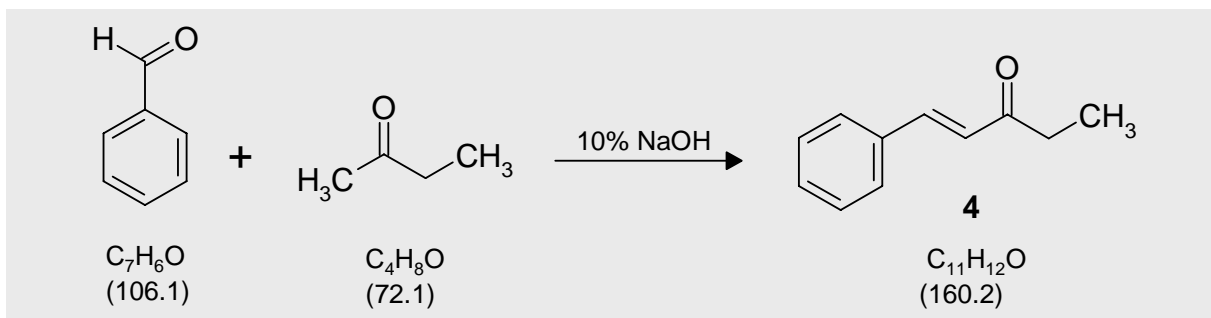


5.1.4 Kondensation von Benzaldehyd mit Butanon unter Basen-Katalyse zu *E*-1-Phenyl-1-penten-3-on (4)



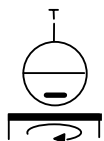
Arbeitsmethoden: Feststoffdestillation

Chemikalien

Benzaldehyd
Butanon
tert-Butylmethylether
Natriumhydroxid
Eisessig

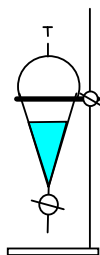
Sdp. 179 °C. Langsame Autoxidation zu Benzoesäure, frisch destillieren!
Sdp. 79 °C, $d = 0.80$ g/ml, Dampfdruck bei 20 °C: 105 hPa.
Sdp. 55 °C, $d = 0.74$ g/ml, Dampfdruck bei 20 °C: 268 hPa.
Verursacht **schwere Verätzungen**. Sofort mit viel Wasser abspülen.
Schmp. 17 °C, Sdp. 118 °C, $d = 1.05$ g/ml. Verursacht **schwere Verätzungen**. Sofort mit viel Wasser abspülen.

Durchführung



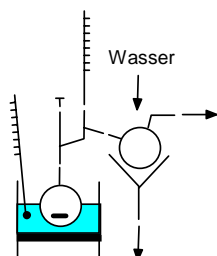
Vor Beginn **Betriebsanweisung** erstellen.

In einem 250-ml-Rundkolben werden 0.10 mol (10.6 g, 10.1 ml) Benzaldehyd und 0.30 mol (21.6 g, 27.0 ml) Butanon¹ mit 125 ml 2 M Natronlauge versetzt, mit einem PVC-Stopfen verschlossen und 24 h bei Raumtemperatur mit einem Magnetrührer kräftig gerührt.



Isolierung und Reinigung

Das Gemisch wird in einen Scheidetrichter überführt, die organische Phase wird abgetrennt und die wässrige Phase noch zweimal mit je 25 ml *tert*-Butylmethylether ausgeschüttelt ($\rightarrow \mathbf{E}_1$). Die vereinigten organischen Phasen werden mit je 25 ml Wasser neutral gewaschen ($\rightarrow \mathbf{E}_1$) und anschließend über Natriumsulfat getrocknet. Nach dem Abfiltrieren vom Trockenmittel ($\rightarrow \mathbf{E}_2$) wird der Ether am Rotationsverdampfer unter vermindertem Druck abdestilliert ($\rightarrow \mathbf{R}_1$).



Der Rückstand wird in einer Feststoffdestillationsapparatur bei vermindertem Druck destilliert (Sdp. 90 °C/20 hPa) ($\rightarrow \mathbf{E}_3$). Das Destillat wird bei 0 °C zur Kristallisation gebracht, Ausbeute und Schmelzpunkt werden bestimmt. Ausbeute an **4**: 65–75%, Schmp. 36–37 °C.

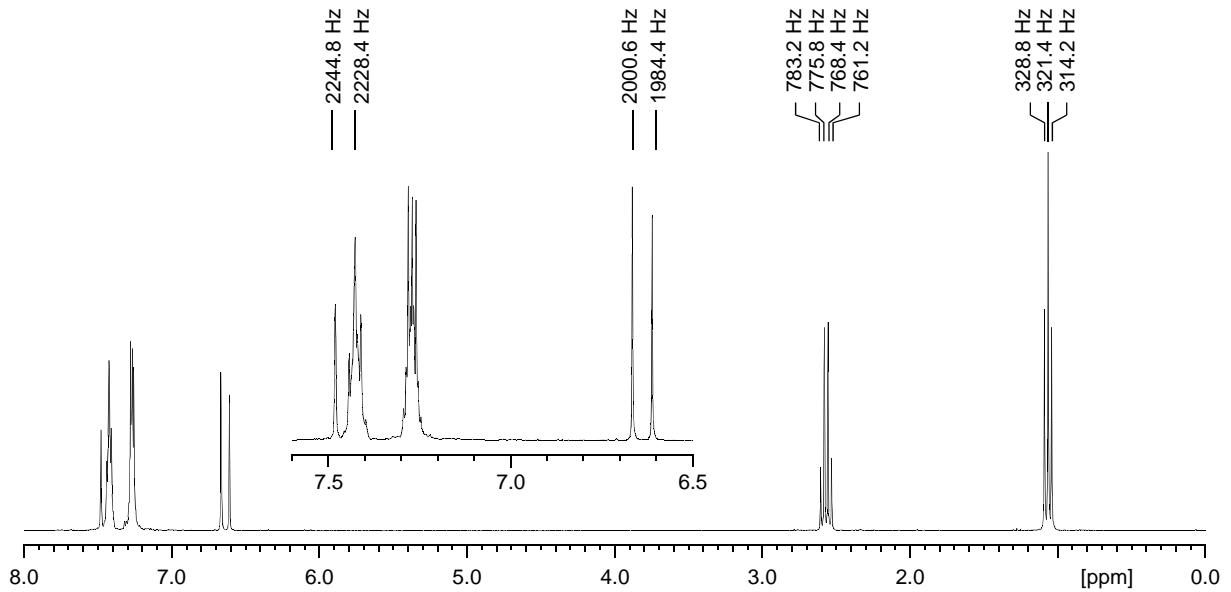
¹ Warum werden die Edukte in diesem Molverhältnis eingesetzt?

Hinweise zur Entsorgung (E), Recycling (R) der Lösungsmittel

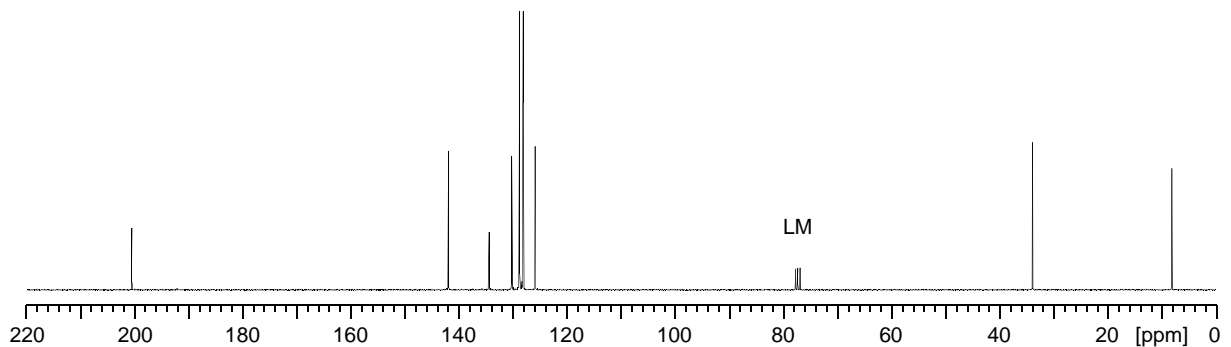
- \mathbf{E}_1 : Wässrige Lösung mit Spuren von organischen Verbindungen \rightarrow Entsorgung (H_2O mit RH).
 \mathbf{E}_2 : Kontaminiertes Natriumsulfat \rightarrow Entsorgung (Anorg. Feststoffe).
 \mathbf{E}_3 : Destillationsrückstand in wenig Aceton lösen \rightarrow Entsorgung (RH).
 \mathbf{R}_1 : Abdestilliertes Lösungsmittel \rightarrow Recycling (*tert*-Butylmethylether).

Auswertung des Versuchs

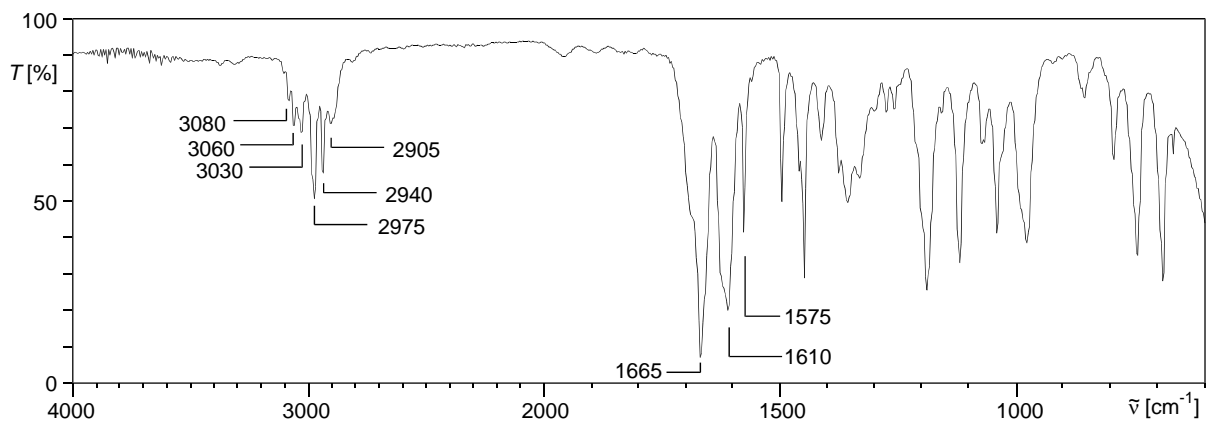
¹H-NMR-Spektrum von **4** (300 MHz, CDCl₃): δ = 1.07 (3 H), 2.57 (2 H), 6.64 (1 H), 7.21–7.33 (3 H), 7.38–7.50 (3 H).



¹³C-NMR Spektrum von **4** (75.5 MHz, CDCl₃): δ = 8.16 (CH₃), 33.93 (CH₂), 125.96 (CH), 128.19 (CH), 128.89 (CH), 130.30 (CH), 134.54 (C), 142.02 (CH), 200.60 (C).

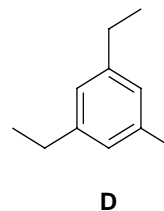
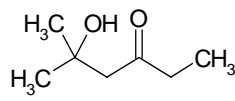
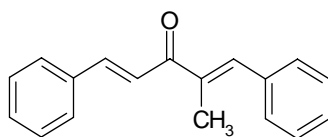
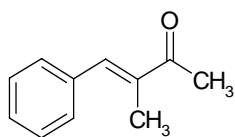


IR-Spektrum von **4** (Film):



- * Formulieren Sie den zu **4** führenden Reaktionsmechanismus.
- * Vergleichen Sie das Ergebnis dieses Versuchs mit dem von [Versuch 5.1.5](#).

Weitere denkbare Reaktionsprodukte:



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

Literatur, allgemeine Anwendbarkeit der Methode

Kinetische Untersuchungen zu dieser Reaktion: J.D. Gettler, L.P. Hammett, *J. Am. Chem. Soc.* **1943**, 65, 1824–1829.