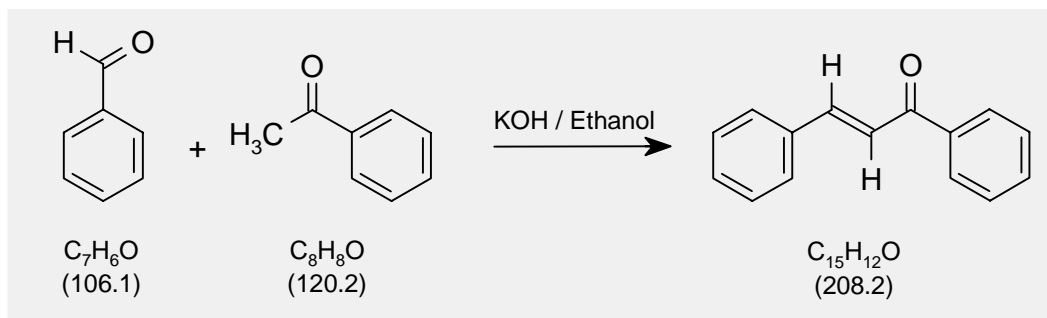


## 5. Reaktionen reaktiver Methylenverbindungen Aldolkondensationen - Michael-Reaktionen

### 5.1 Gemischte Aldolkondensation von Benzaldehyd mit Acetophenon zu 1,3-Diphenyl-propen-2-on-1 (Benzalacetophenon)



**Arbeitsmethoden:** Destillation im Wasserstrahlvakuum, Umkristallisation

#### Chemikalien

**Benzaldehyd:** R 22; S 24; Sdp 66°C / 18 hPa, d = 1.049;  $n_D^{20} = 1.5450$ .

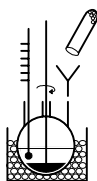
**Acetophenon:** R 22-36/38; Sdp. 202°C, Schmp. 19 °C; d = 1.03;  $n_D^{20} = 1.5339$ ; Dampfdruck bei 25°C: 0.6 hPa; Flammpunkt: 82°C.

**Ethanol:** R 11; S 7-16; Sdp. 78 °C, Schmp. -117 °C, d = 0.74; Flammpunkt: 12 °C; Dampfdruck bei 20 °C: 59 hPa; Explosionsgrenze 3.5 - 15 Vol%.

**Kaliumhydroxid:** R 35; S 26-37/39-45; hygroskopisch; **wirkt ätzend!**

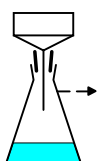
#### Durchführung der Reaktion

*Betriebsanweisung beachten!*



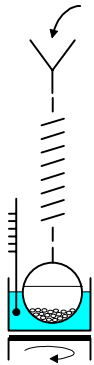
In einem 100 ml Dreihalsrundkolben mit KPG-Rührer und Innenthermometer werden 3.10 g (55 mmol) Kaliumhydroxid in 20 ml Wasser und 13 ml Ethanol gelöst. Anschließend werden über den freien Schliff 5.2 g (43 mmol) Acetophenon auf einmal zugegeben und die Reaktionsmischung unter Rühren mit einem kalten Wasserbad auf eine Innentemperatur von 20 °C gebracht. Nun gibt man 4.6 g (43 mmol) Benzaldehyd auf einmal zu und rührt 2 h bei 20 °C. Wenn die Reaktionsmischung zäh wird, wird das Innenthermometer entfernt. Nach Ablauf dieser 2 h wird der Rührer abgestellt und der Reaktionskolben noch 1 h im Eisbad stehengelassen.

#### Isolierung und Reinigung



Das auskristallisierte Reaktionsprodukt wird auf einem Büchnertrichter abgesaugt und portionsweise mit Wasser gewaschen bis das Filtrat neutral gegen pH-Papier reagiert. Man drückt den Niederschlag mit einem Spatel oder einem Glasstöpsel fest ab und wäscht nochmals mit ca. 5 ml eiskaltem Ethanol nach ( $\rightarrow \mathbf{E}_1$ ). Man saugt Luft durch, bis das Produkt weitgehend trocken ist, überführt in eine tarierte Porzellanschale und lässt noch 1 h im evakuierten Exsikkator stehen.

Ausbeute **Rohprodukt**: 6.7 - 7.6 g.



Zur Reinigung wird das Rohprodukt in einem 100 ml-Rundkolben NS 29 mit Rückflusskühler in siedendem Ethanol gelöst (etwa 25 - 30 ml werden benötigt), zur Kristallisation lässt man 1 h bei Raumtemperatur, dann noch 1 h im Kühlschrank stehen.

Absaugen auf einem Büchnertrichter, wiederum mit wenig eiskaltem Ethanol nachwaschen ( $\rightarrow$  **R<sub>1</sub>**). Lufttrocken saugen, dann im Vakuum-Exsikkator in einer tarierten Porzellanschale trocknen.

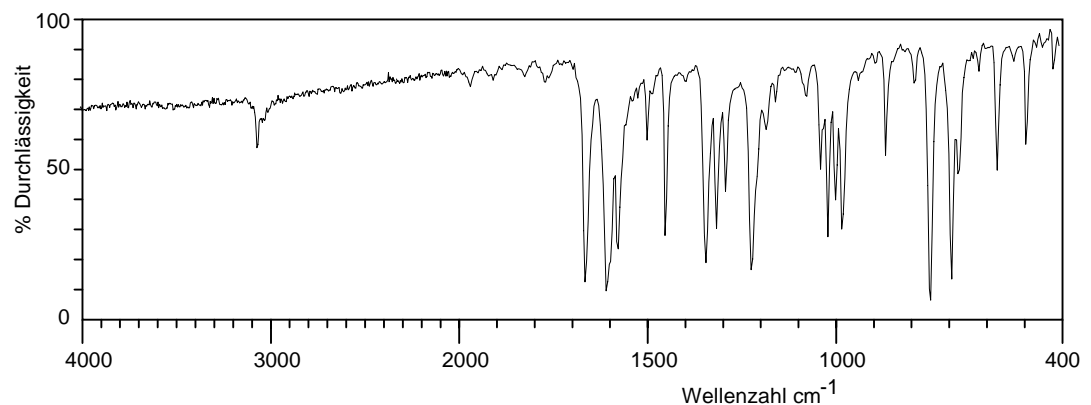
Ausbeute **Reinprodukt**: 6.1 - 6.6 g (68 - 74 %), Schmp. 57.5 - 58°C

### Hinweise zur Entsorgung (E), Redestillation (R) der Lösungsmittel

**E<sub>1</sub>**: Die wässrigen Lösungen mit organischen Verunreinigungen werden in den wässrigen org. Sonderabfall **B<sub>1</sub>** gegeben.

**R<sub>1</sub>**: Das Filtrat kann in den Sammelbehälter für *Recycling-Ethanol* gegeben werden, das Filterpapier in den Sammelbehälter für festen org. Sonderabfall **F<sub>2</sub>**.

### IR-Spektrum von Benzalacetophenon



Valenzschwingungen: C=O: 1665; C=C: 1610 cm<sup>-1</sup>

### Versuchsergebnis und Schlussfolgerung

- Die baseninduzierte Aldolreaktion von Benzaldehyd als Elektrophil mit Acetophenon als Nucleophil führt wegen dem sich ausbildenden konjugierten System unmittelbar zur baseninduzierten Deyhydratisierung und damit zum Aldolkondensationsprodukt:

