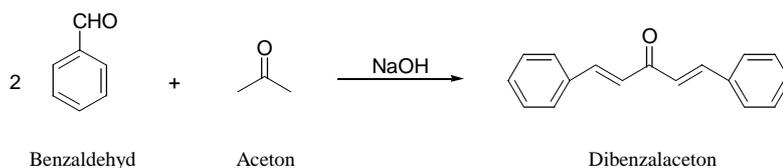


Aldolkondensation: **Dibenzalacetone**

Microscale



Rk. bei RT
umkristall.

Chemikalien:

Alle Transfers von Flüssigkeiten erfolgen mit einer geeigneten Pipette!

Durchführung der Reaktion:

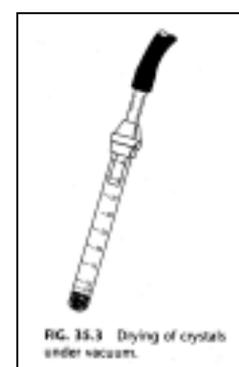
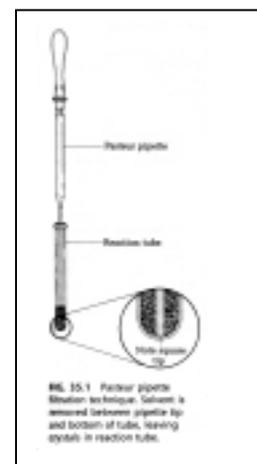
In einem 10x100 mm Reaktionsrohr werden 2.0 ml 3N Natronlauge mit 1.6 ml Ethanol vermischt und dann 0.22 g Benzaldehyd zugegeben. Dann fügt man 60 mg Aceton zu dem Gemisch zu. Das Reaktionsrohr wird sofort verschlossen und der Inhalt durch kräftiges Schütteln gut vermischt. Der zunächst nicht gelöste Benzaldehyd löst sich auf und es entsteht eine klare, hellgelbe Lösung. Nach etwa einer Minute wird die Lösung trüb und das Produkt fällt als gelber Niederschlag aus. Während der nächsten 30 Minuten wird das Reaktionsrohr immer wieder geschüttelt. Falls das Produkt nicht auskristallisiert, kratzt man an der Innenwand des Reaktionsrohrs mit einem Glasstab.

Isolierung und Reinigung:

Das Lösungsmittel wird aus dem Reaktionsrohr mit einer Pasteurpipette entfernt, wobei man die Spitze der Pipette auf dem Boden des Reaktionsrohrs aufsetzt und darauf achtet, dass man möglichst keine Kristalle mit aufsaugt. Zu den Kristallen gibt man 3 ml Wasser, verschließt das Reaktionsrohr wieder und schüttelt kräftig. Man saugt das Wasser mit der Pasteurpipette ab und wäscht die Kristalle noch zweimal mit jeweils 3 ml Wasser.

Dann gibt man wieder 3 ml Wasser zu und schüttelt die Kristalle auf einen Hirschtrichter mit angelegtem Vakuum; das Filtrat verwendet man, um die Kristalle vollständig aus dem Reaktionsrohr zu spülen. Anschließend werden die Kristalle zwischen zwei Filterpapieren durch Pressen mit den Fingern getrocknet. Das Produkt sollte ausreichend an der Luft getrocknet sein, bevor die Rohausbeute und der Schmelzpunkt des Rohprodukts bestimmt wird. Man bewahrt ca. 1 mg Rohprodukt als Impfkristalle auf.

Anschließend wird umkristallisiert, indem das Rohprodukt in siedendem 70:30 Ethanol/Wasser-Gemisch gelöst wird. Man läßt das Gemisch langsam abkühlen (mit Alufolie umwickelt), um größere Kristalle zu erhalten. Sollte das Produkt sich beim Abkühlen als Öl abscheiden, so löst man es erneut in der Hitze und fügt beim Abkühlen einzelne der aufbewahrten Impfkristalle zu. Man kühlt schließlich in Eis und saugt dann die Mutterlauge mit der Pipette ab. Die Kristalle werden weiter in Eiswasser gekühlt und einmal mit ca. 0.5 ml eiskaltem 70%igem Ethanol gewaschen, das dann wieder mit der Pipette abgesaugt wird. Die Kristalle werden im Reaktionsrohr getrocknet, indem man für einige Minuten Vakuum anlegt; dann bestimmt man die Ausbeute und den Schmelzpunkt des Produktes.



Literatursausbeute: ca. 100 mg
Lit.-Smp.: 110.5 - 112 °C