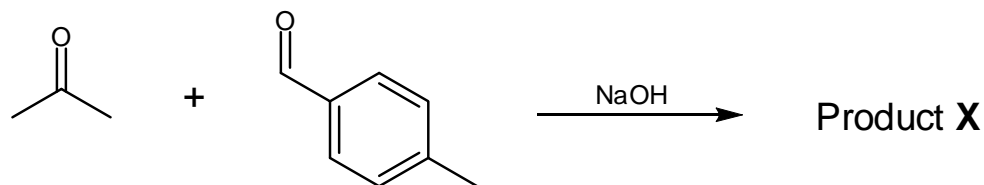


Problem P4 A Simple Aldol Condensation

The Claisen-Schmidt reaction involves the synthesis of an α,β -unsaturated ketone by the condensation of an aromatic aldehyde with a ketone. The aromatic aldehyde possesses no hydrogens α -to the carbonyl group, it cannot therefore undergo self condensation but reacts rapidly with the ketone present.

The initial aldol adduct cannot be isolated as it dehydrates readily under the reaction conditions to give an α,β -unsaturated ketone. This unsaturated ketone also possesses activated hydrogens α -to a carbonyl group and may condense with another molecule of the aldehyde.



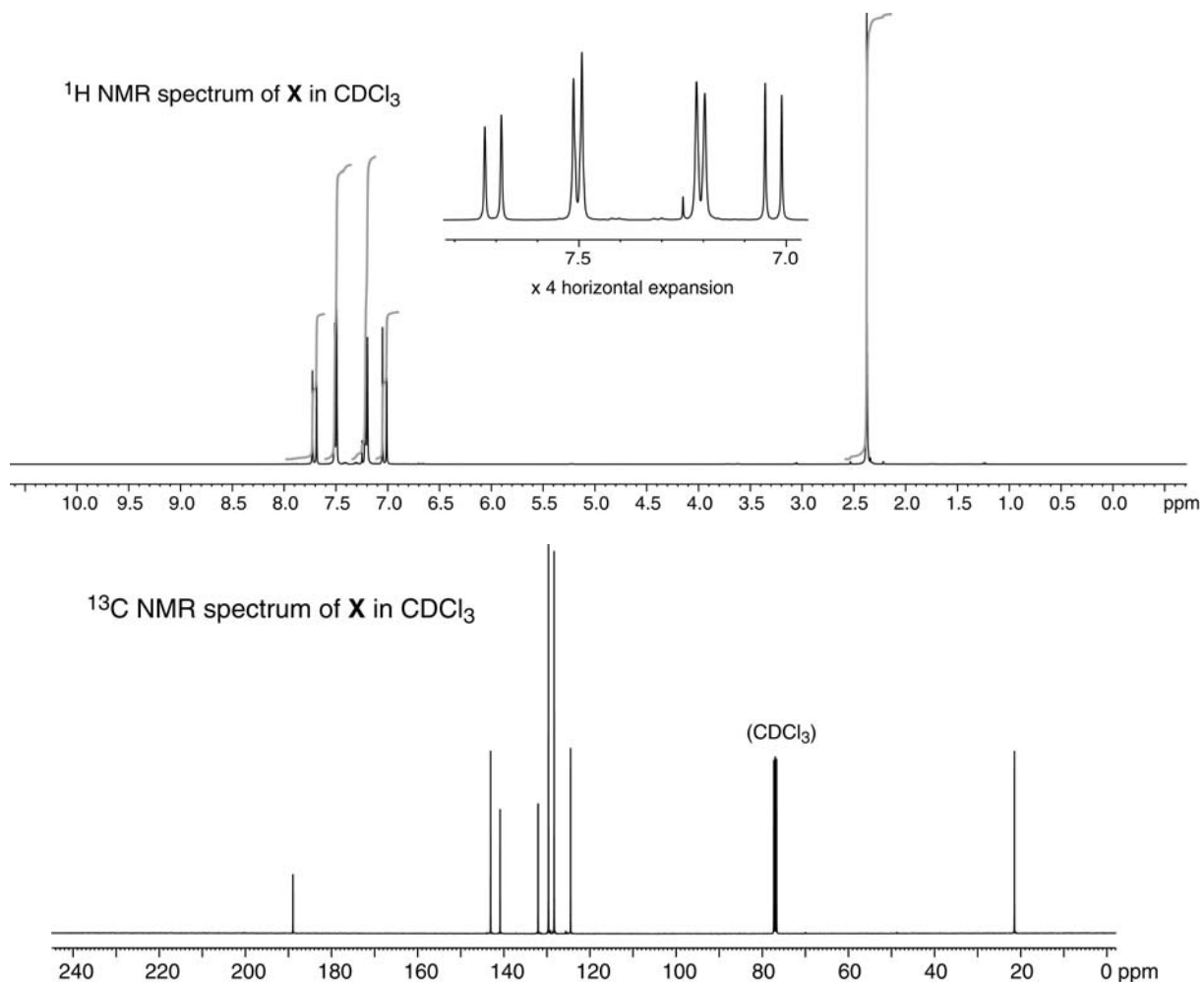
In this experiment you will carry out the base catalysed aldol condensation of *p*-tolualdehyde with acetone. The product will be purified by recrystallisation and its structure determined using the spectra provided.

Experimental

Dissolve *p*-tolualdehyde (2.5 cm³) and acetone (1 cm³) in ethanol (25 cm³) contained in a stoppered flask. Add bench sodium hydroxide solution (5 cm³ of aqueous 10%) and water (20 cm³). Stopper the flask and shake it for 10 minutes, releasing the pressure from time to time. Allow the reaction mixture to stand for 5-10 minutes with occasional shaking and then cool in an ice bath. Collect the product by suction filtration, wash it well on the filter with cold water and recrystallise from ethanol.

Record the yield of your product. Run a thin layer chromatogram on a silica plate using ether/petroleum ether 2:8 as the eluent and record the R_f value of the product. Measure and record the m.p. of **X**.

Elemental analysis of **X** reveals it to have 88.99% carbon and 6.92% hydrogen. Use this information together with the NMR spectra to suggest a structure for **X**.



Substance		R phrases	S phrases
<i>p</i> -tolualdehyde	solid	22-36/37/38	26-36
acetone	liquid	11-36-66-67	9-16-26
sodium hydroxide	10% aq. solution	36/38	26
diethyl ether	liquid	12-19-66-67	9-16-29-33
petroleum ether †	liquid	45-22	53-45

† This compound will not be used at the Olympiad

Consegna per la classe 4B Chimici – a.s. 2008/09

Attività da eseguire in laboratorio il giorno 26.02.09

- *Comprendere il testo in Inglese dell'esperienza.*
- *Individuare la dimensione della vetreria necessaria alla conduzione dell'esperienza.*
- *Eeguire l'esperienza impiegando la **benzaldeide** al posto della p-tolualdehide facendo attenzione ad impiegare le quantità adeguate per il diverso reagente.*

Compiti da eseguire per casa, consegnando l'**elaborato scritto** al prof. Coviello per giovedì **5 marzo**.

1. *Individuare la struttura di **X** secondo la metodica originale*
2. *Interpretare lo spettro H-NMR della metodica oroginale*
3. *Scrivere il **meccanismo di reazione** per la sintesi del prodotto **X***
4. *Scrivere la struttura del prodotto **Y** ottenibile dalla sintesi modificata con benzaldeide*
5. *Scrivere il **meccanismo di reazione** per la sintesi del prodotto **Y***
6. *Assegnare il nome **IUPAC** al prodotto **Y***
7. *Determinare il punto di fusione del prodotto **Y***
8. *Determinare la composizione percentuale del prodotto **Y***
9. *Indicare come si modificano gli spettri H-NMR e C-NMR per il prodotto **Y***
10. *Ricerca su Internet lo spettro H-NMR del prodotto **Y***
11. *Ricerca le caratteristiche chimico/fisiche dei reagenti impiegati e del prodotto ottenuto.*

Copia del seguente materiale è scaricabile dal sito:

<http://www.educhimica.it/FERMILAB>

nella sezione Chimica Organica