

Laboration: Syntes av 1,5-difenyl-1,4-pentadien-3-on

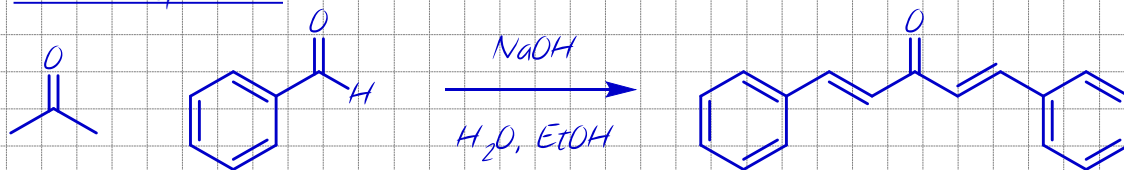
Risikanalyt utförd

Kurs och termin: Läkemedelssyntes 3FK123, termin 5

Instruktioner/referenser:

Laborationskompendium för laborationer i läkemedelssyntes på apotekarprogrammet termin 5 HT-18 (sidor 19-22).

Reaktionsformel:



Material och metoder:

Kemikalier:

Kemikalie	Mw (g/mol)	Massa / volym	Densitet (g/ml)	n (mmol)	Ekvivalenter
Aceton	58,08	1,8 ml	0,786	25	1,0 1,0 ¹⁾
Bensaldehyd	106,12	5,30 g 5,31 g ²⁾	1,045	50,0	2,0
NaOH (2,5 M)	40,00	40,0 ml	-	100	4,0
EtOH (95%)	-	30,0 ml	-	-	-
1,5-difenyl-1,4-pentadien-3-on (teoretiskt utbyte)	234,30	5,9 g	-	25	1,0

¹⁾Felskrivet 21/10-18 EF

²⁾Annan massa invägdes 21/10-18 EF

Läst och förstått

Emil Fischer

21/10-18

Victor Grignard

22/10-18

Signatur

Datum

Signatur

Datum

Riskanalys och aspekter på hållbar utveckling:

Alla kemikalier hanteras som om de vore giftiga. Labrock, skyddsglasögon och handskar ska användas.

Natriumhydroxid är starkt frätande. Vid kontakt med huden, skölj med mycket vatten och vid kontakt med ögonen, skölj med vatten och kontakta ögonmottagningen. Bensaldehyd och produkten måste hällas i reaktionsblandningsslask.

Utförande:

5,31 g ~~bensaldehyd~~ vägdes upp i en 100 ml rundkolv med analysväg på en dragbänk.

1,8 ml bensaldehyd ¹⁾ aceton mättes upp med vollpipett och tillsattes.

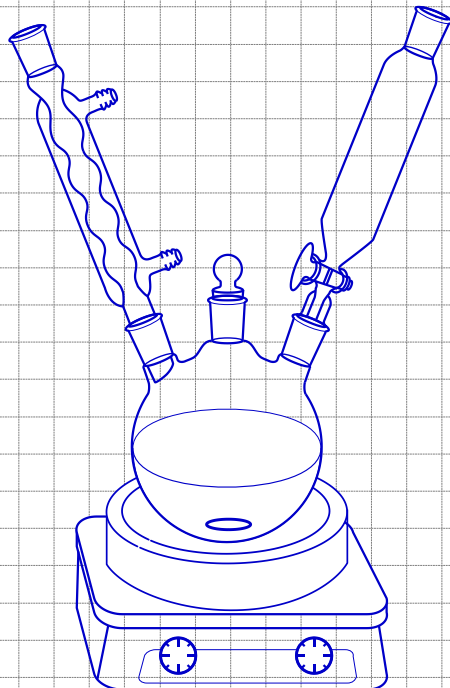
30 ml etanol (95%) mättes upp i en mätkolv och tillsattes.

En extra ml etanol användes för att skölja ner lite bensaldehyd som verkade vara kvar på kanten av rundkollen.

En magnet tillsattes och blandningen återloppskokades på en värmeplatta (figur 1).

Plattan sattes på 110 °C.

40 ml av en färdig NaOH-lösning mättes upp i en mätkolv och tillsattes via en dropptratt.



Figur 1: Återloppskokning.

¹⁾Felskrivet 21/10-18 EF

Emil Fischer

Signatur

21/10-18

Datum

Läst och förstätt

Victor Grignard

Signatur

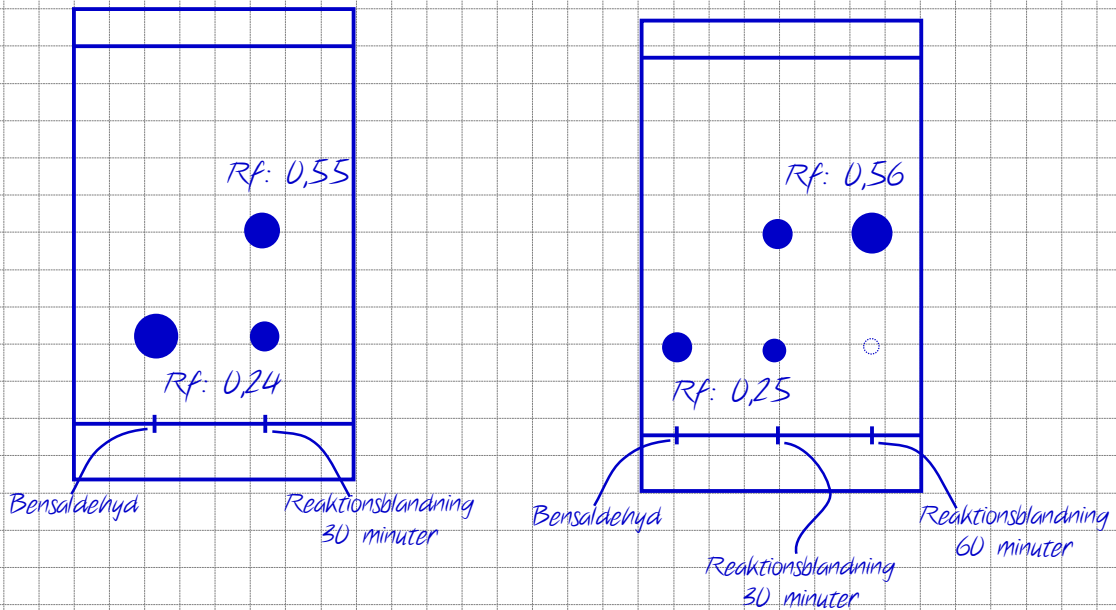
22/10-18

Datum

Kurs och termin: Läkemedelssyntes 3FK123, termin 5

Reaktionsblandningen kontrollerades med TLC.

Efter 60 minuter verkade nästan allt startmaterial ha förbrukats och reaktionen avslutades.



Figur 2: TLC för reaktionsblandningen.

Reaktionsblandningen hälldes i en separertratt och 100 ml etylacetat tillsattes. Faserna skakades och separerades.

Därefter extraherades organfasen med 3×100 ml vatten.

Vattenfaserna neutraliserades med ättiksyra och hälldes ut i vasken.

Organfasen torkades med $MgSO_4$.

Torkmedlet avlägsnades med sugfiltrering.

$m(\text{rundkolv}): 114,832 \text{ g}$

Organfasen överfördes till en 250 ml rundkolv och indunstades med rullindunstning i omgångar.

$m(\text{rundkolv} + \text{råprodukt}): 120,145 \text{ g}$

$m(\text{råprodukt}): 120,145 - 114,832 = 5,313 \text{ g}$

Produkten var en gulaktig halvflygig fast substans.

Råprodukten överfördes till en 250 ml e-kolv och omkristalliserades från isohexan. Ca 150 ml isohexan behövdes för att lösa råprodukten.

Lösningen fick svalna långsamt och kristaller började bildas.

Läst och förstått

Emil Fischer

21/10-18

Victor Grignard

22/10-18

Signatur

Datum

Signatur

Datum

Laboration: Syntes av 1,5-difenyl-1,4-pentadien-3-on

Risikanalyt utförd



Kurs och termin:

Läkemedelssyntes 3FK123, termin 5

Efter 1 h 30 min kylades e-kolven på is och sedan sugfilterades kristellerna och överfördes till en 50 ml bägare.

m(bägare): 51,641 g

m(bägare produkt): 56,263 g

m(produkt): $56,263 - 51,641 = 4,622$ g

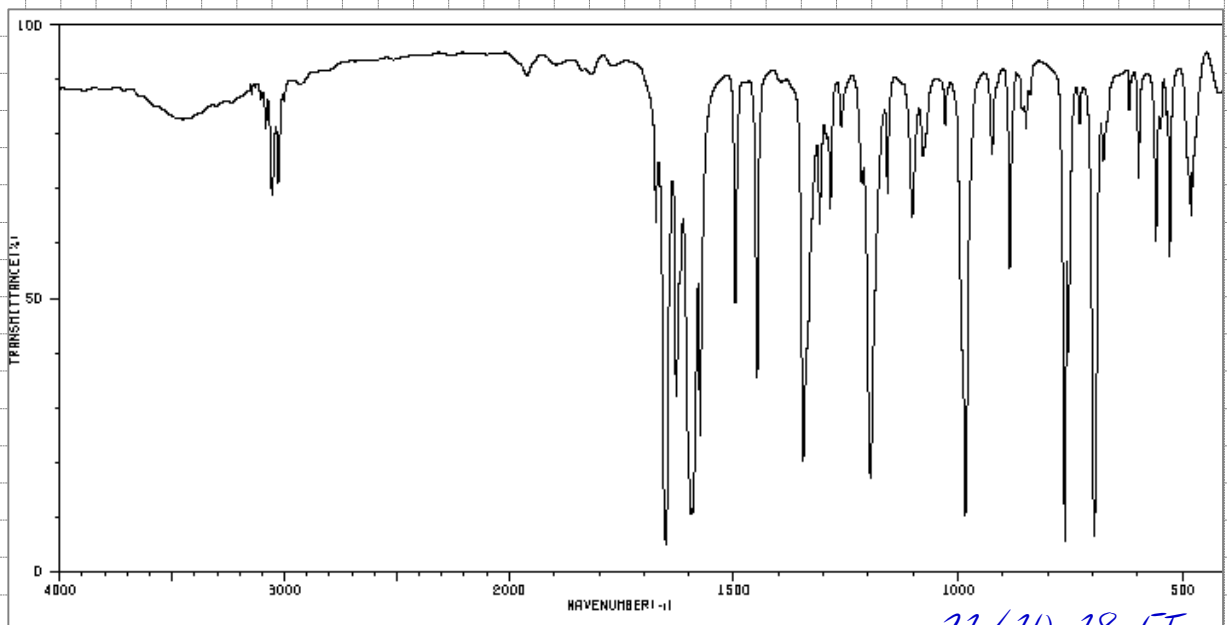
Utbyte: $4,622 / 5,9 = 0,783... = 78\%$

Produkten analyserades med IR.

Den förväntade signalen för karbonylen vid 1650 cm^{-1} syntes tydligt.

Även aromatiska övertoner och signaler för $C(sp^2)-H$ syntes vilket tyder på att den isolerade produkten är den förväntade produkten 1,5-difenyl-1,4-pentadien-3-on.

Inga extra signaler kunde ses vilket tyder på att produkten är ren.



21/10-18 EF

Smältpunkten bestämdes till $185-189\text{ }^\circ\text{C}$, vilket är något lägre än litteraturvärdet på $190-191\text{ }^\circ\text{C}$. Smältintervallet var också ganska brett vilket tyder på att produkten inte är helt ren eller att kristalliseringen gick för fort. En trolig förorening är startmaterialet bensaldehyd.

Läst och förstått

Emil Fischer

21/10-18

Victor Grignard

22/10-18

Signatur

Datum

Signatur

Datum