

E11 醛酮類之羰基特性反應

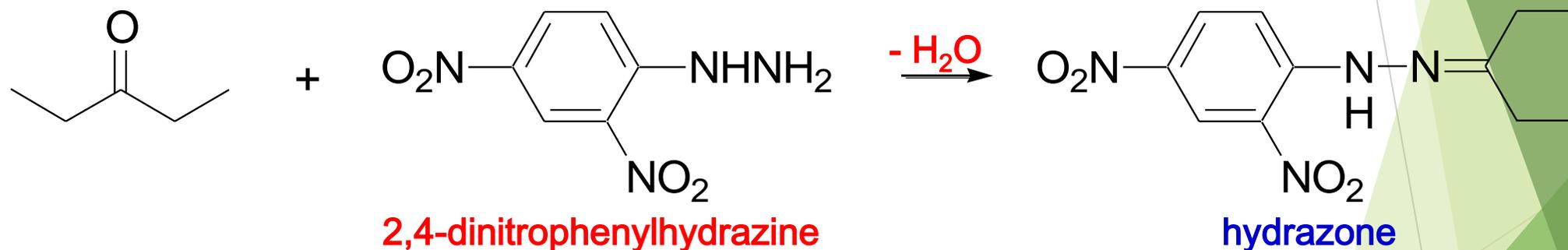
實驗目的及原理

▶ 實驗目的：

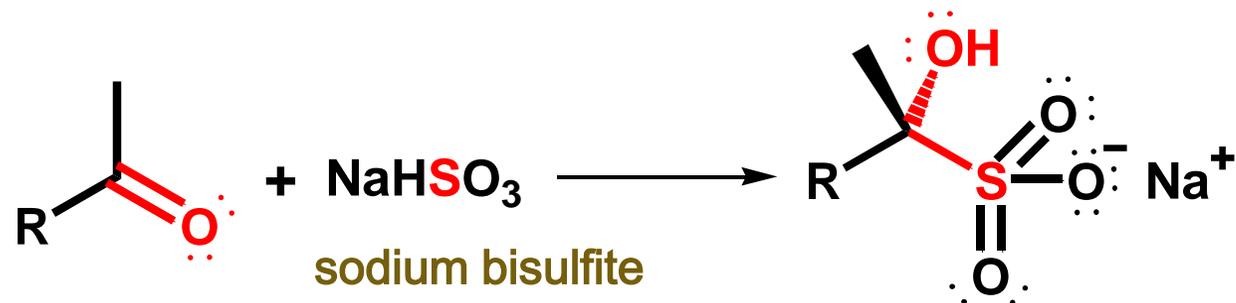
- ▶ 研究醛酮化合物的**羰基加成反應**來鑑定醛酮類的結構。

▶ 實驗原理：

- ▶ 羰基(C=O)與胺衍生物可行加成反應，脫水成具亞胺基(C=N)的產物。



- ▶ 有些加成反應受立障限制，只和甲基酮或一些環酮類反應。+ H₂O

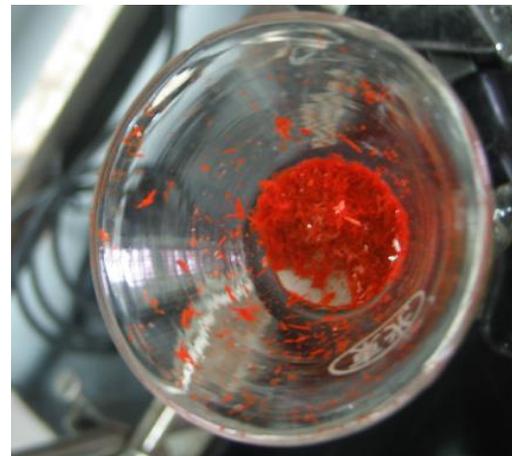
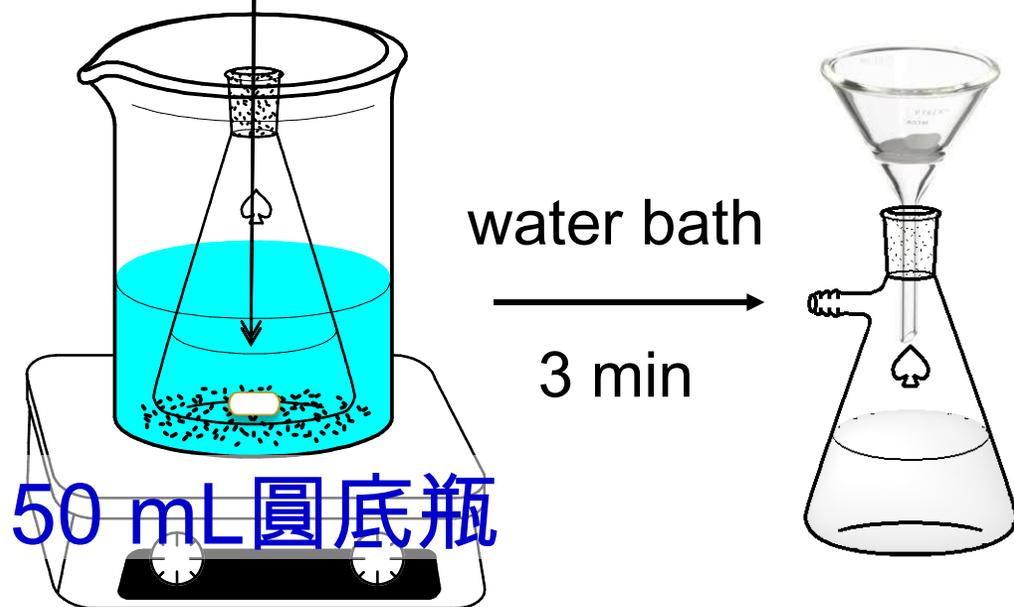


實驗流程

Hydrazone

- (1) 0.20 g 2,4-Dinitrophenylhydrazine
 0.1 mL (~ 3 drops) conc. $\text{HCl}_{(\text{aq.})}$
 10.0 mL 95% EtOH
 (3) 0.1 mL (~ 3 drops) 3-Pentanone

(2)

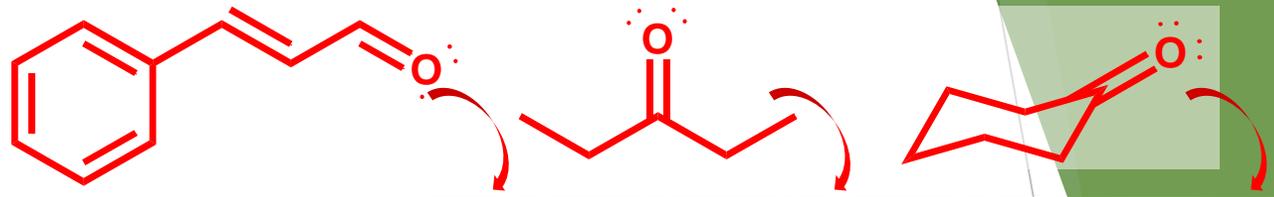


以 ice water 潤洗產物

以 95% EtOH (約 10 ~ 15 mL, 依產物的量決定) 做 recrystallization

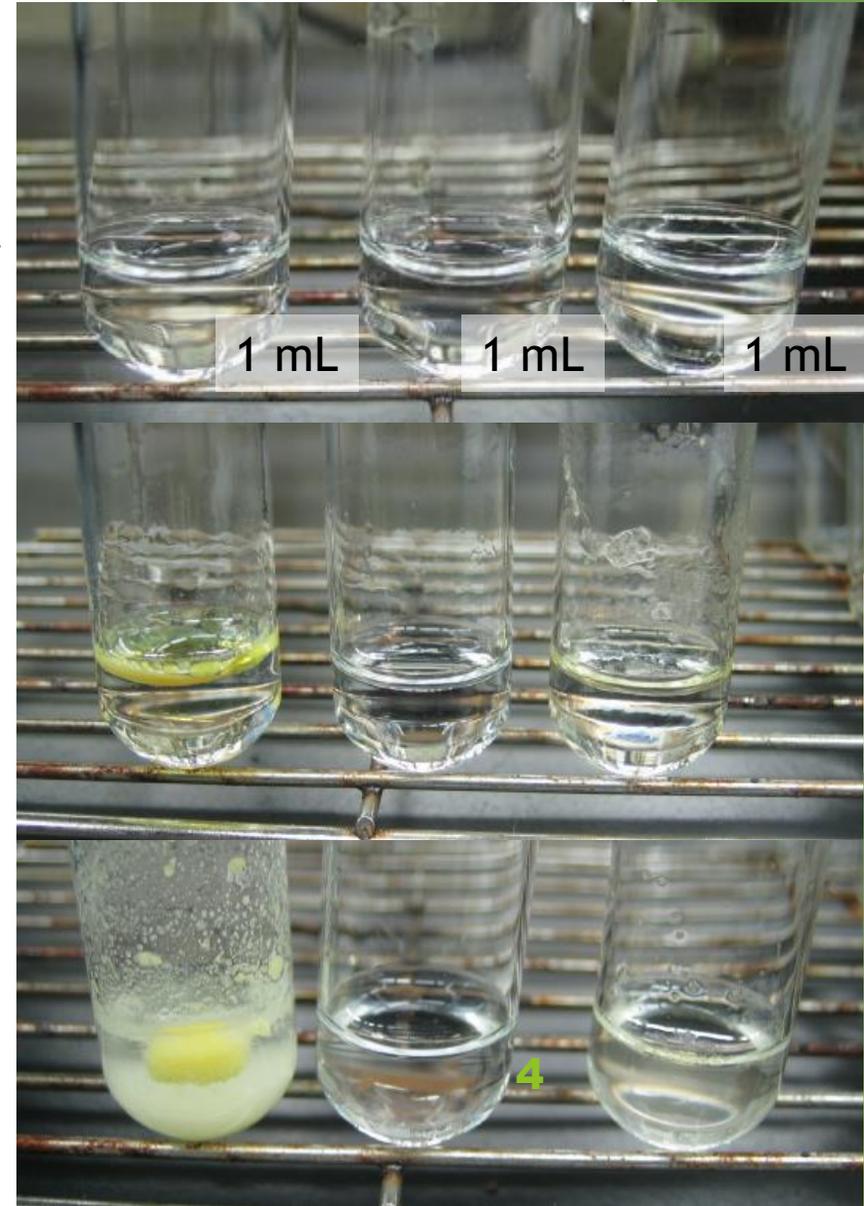
計算 % yield、記錄 color、測 m.p.

實驗流程



Sodium bisulfite test

1. 2.5 g sodium bisulfite in 10 mL DI water
2. 取3支試管分別加入1 mL上述溶液。
3. 每支試管分別加入 1 drop Cinnamaldehyde, 3-Pentanone and Cyclohexanone。
若試料難溶於水，
可加入少量 MeOH 使溶解。
4. 持續搖動各試管 10 mins，
觀察並比較其結果。



提升效能之個人化流程 (PPAP)

Personal Procedure of Accelerating Performance

- ▶ 取藥前先煮一杯 70 ~ 80°C 的熱水，記得放入溫度計監控。
- ▶ 無論是加熱溶解、加熱反應、再結晶，為了避免乙醇過度逸散，都應該蓋上鋁箔減少揮發。
- ▶ Filter paper x2, we will do suction filtration twice today.
- ▶ Recrystallization 時以 Erlenmeyer flask 當容器，加入 stir bar 攪拌幫助溶解。
- ▶ 注意水浴的水位，適時補充水量以免煮乾。

注意事項

- ▶ 丙酮一定要確實吹乾，以免影響反應!!!
- ▶ 使用正確的容器並以廣用夾固定，加熱攪拌時放在加熱板正中間的位置，善用升降臺。
- ▶ 0.1 mL取量不易，若使用微型吸量管，須注意是否正確使用。
- ▶ 隔水加熱溫度不要太高(~ 80°C)，以免乙醇大量揮發。
- ▶ 反應結束後可加冰浴增加結晶析出量再抽氣過濾。
- ▶ 取用醛酮類的滴管記得以廢丙酮洗乾淨後方可丟棄。
- ▶ 亞硫酸氫鈉試驗以小試管進行，2~3 組配製一管，勿浪費！
- ▶ 廢液倒有機不含鹵廢液桶，產物丟固體廢棄物。

實驗數據

- ▶ 再結晶後之產物
- ▶ 亞硫酸氫鈉試驗的試管3支
- ▶ 粗產物重量 (g)
- ▶ 再結晶後重量 (g)、m.p.

數據分析

- ▶ 計算 % yield
- ▶ m.p. 文獻值

結果 & 誤差討論

- ▶ 實驗觀察討論
- ▶ m.p. % error

- 廢液：有機不含鹵
- 產物：固體廢棄物