

E16 縮合反應

提升效能之個人化流程 (PPAP)

Personal Procedure of Accelerating Performance

- ▶ 建議實驗流程：
配置維他命B1 → 逐滴加NaOH時，另一個人去取苯甲醛 → 混合兩液後立刻加熱反應 → 進行羥醛縮合反應 → 反應 90 mins 時取一滴反應溶液，進行TLC → 結束反應，收集安息香。
- ▶ 加熱包改 80°C 水浴。
- ▶ 安息香用布氏漏斗過濾，不做再結晶。
- ▶ DBA 產物要留下來!! 用赫氏漏斗過濾，小濾紙要記得剪。
- ▶ 薄層層析所需的器材有：
小試管 x1、點片用毛細管 x1、TLC片 x1、玻璃滴管 x1、30 mL小燒杯 x1、大濾紙半張、表玻璃、鉛筆。
- ▶ 玻璃滴管、毛細管有管制數量，找大助拿取。

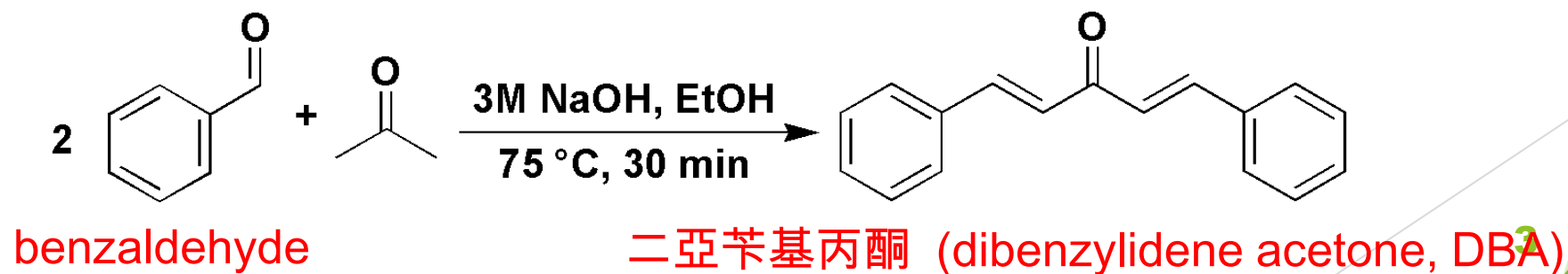
實驗目的及原理

實驗目的：

利用滴管過濾法 (pipette filtration) 進行羥醛縮合反應 (aldol condensation)。以硫胺素 (thiamine, vitamin B₁) 為觸媒使進行安息香縮合反應 (benzoin condensation)。

實驗原理：

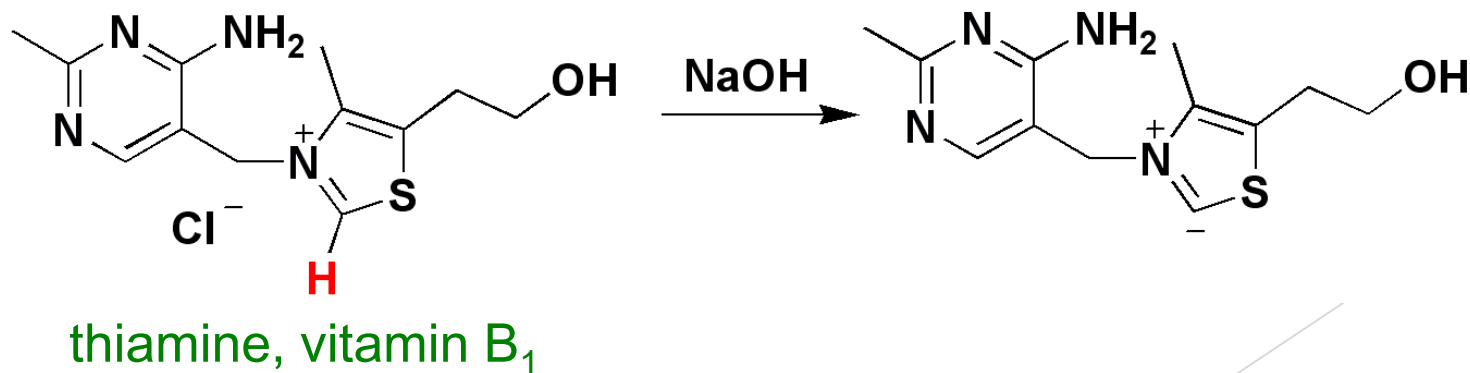
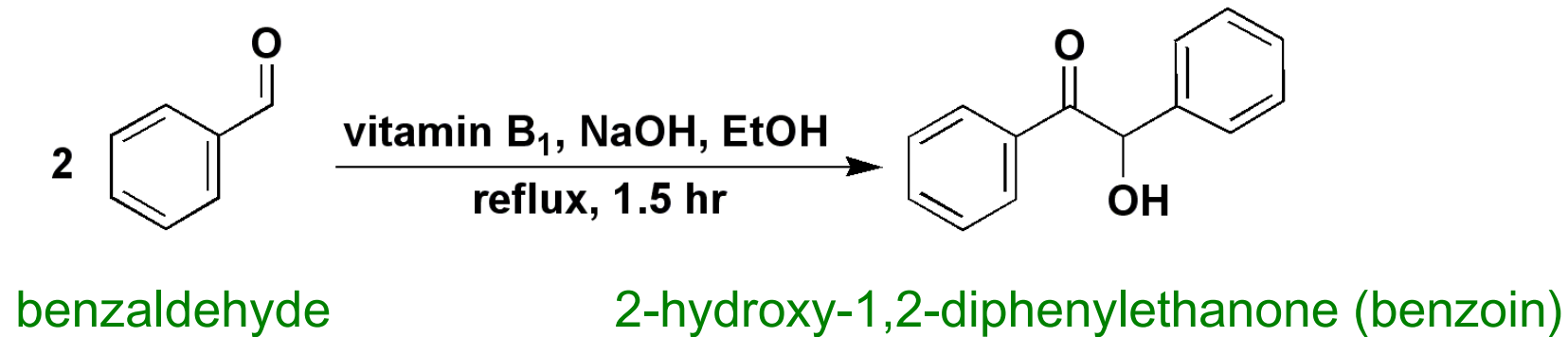
(一) 羥醛縮合反應：醛或酮的 α -碳上有 H 時可在酸或鹼的條件下與另一分子的醛或酮反應產生 β -羥醛 (羥醛加成反應)，再脫水成 α, β -不飽和烯酮。



實驗目的及原理

實驗原理：

(二) 安息香縮合反應：利用天然輔酶 (coenzyme) 作催化劑將二分子不含 α -H 的芳香基醛縮合成 α -羥基酮 (acyloin)。



實驗流程

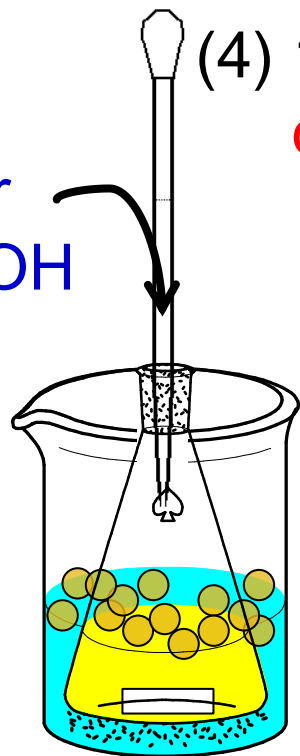
II. Benzoin

依序加入：

(1) 1 g thiamine
(vitamin B₁)

(2) 2.0 mL DI water

(3) 8.0 mL 95% EtOH

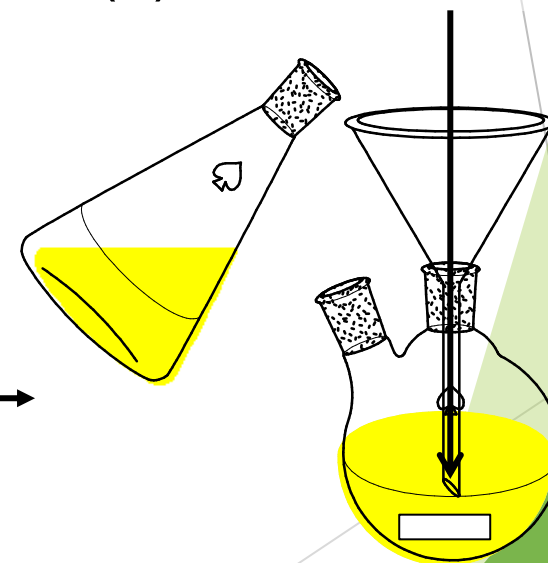


50 mL 錐形瓶

(4) 1.5 mL 3M NaOH_(aq)
dropwise and stir

苯甲醛於空氣中易氧化
取出後應立即進行反應

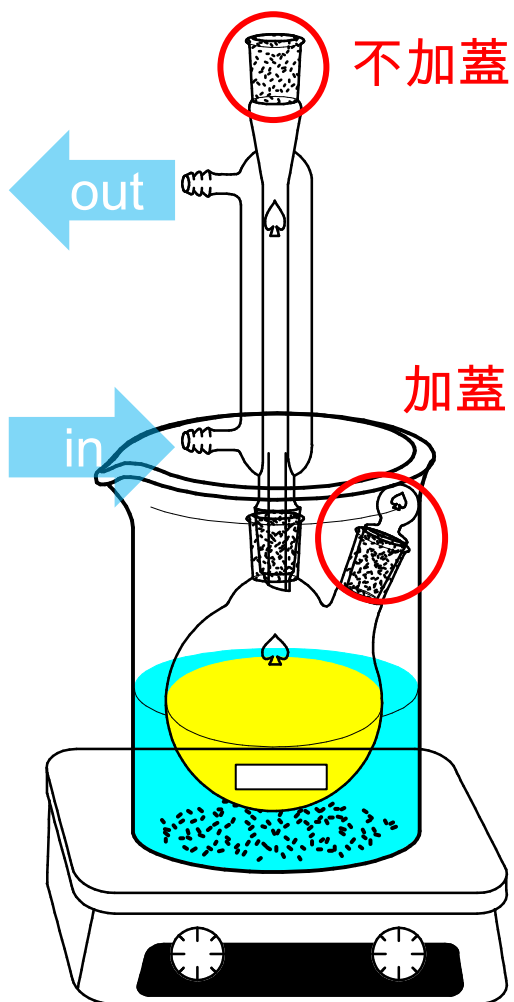
(5) 4.0 mL benzaldehyde



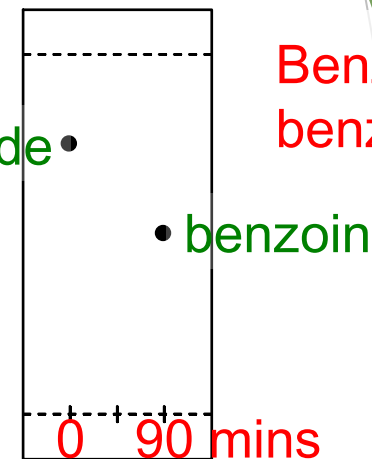
50 mL 雙頸瓶 (weight before use)

實驗流程

II. Benzoin

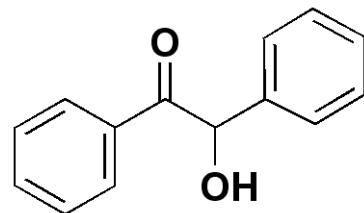


- ▶ 80°C water bath, 90 mins.
- ▶ Do TLC at 0 and 90 mins.
以 EA : Hexane = 1 : 3 (v/v)
為 eluent , 用 UV light 顯影。



Benzaldehyde 最後再與 benzoin 一起點片跑片!!

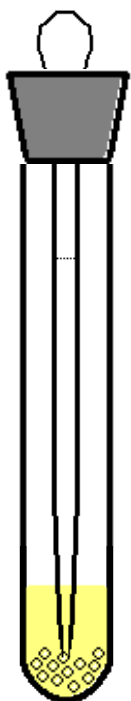
- 反應結束後冷卻至室溫 (可冷水浴加速結晶析出) , 以 Büchner funnel 抽氣過濾收集沉澱。
- 用 95% 乙醇做再結晶 , 收集晶體 , dry, weight.



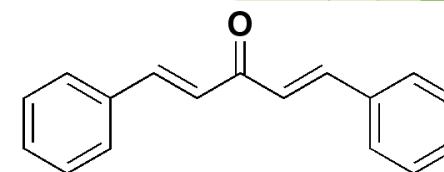
benzoin
(lit. m.p. 133 – 135°C)

實驗流程

I. Aldol condensation



- Add 2.0 mL 3M NaOH_(aq) & 1.6 mL 95% EtOH_(aq) into tube. Add 0.20 mL benzaldehyde & 0.07 mL acetone into tube by pipette.
- Seal the tube and shake it **hard (but don't up and down)** for 1 min. Keep shake it discontinuously within 30 mins.
- 靜置試管後取一長玻璃滴管，壓縮橡膠乳帽，將管尖緩置於反應物之試管底，小心吸取混合物液體，留固體在管中。
- 加 3.0 mL 水於試管中塞好，**猛力搖動**。以長滴管除去水溶液，再重覆洗滌二次。
- 加 2.0 mL 95% 乙醇，隔水加熱做再結晶，收集晶體，dry, weight.
- **Keep the product (DBA)!!**



DBA (*lit.* mp 113 – 114 °C)

注意事項

I. Aldol condensation

1. 實驗所用**丙酮**為 AR (analytical reagent) ，勿取成洗滌用丙酮或加入過量。
2. 此反應的藥品用量極少，以 **pipette** **精確取用**。
3. 滴管過濾法以**長玻璃滴管**進行，**滴管口與試管底**需**儘量齊平**以避免吸入固體。

II. Benzoin

4. **苯甲醛**須**立即使用**，否則純度下降則實驗失敗率高。
5. 做 TLC 時，**起始物**與反應液應先以**沖提液****稀釋 10 倍**再點片。
6. 進行再結晶時隔水加熱乙醇溶液，控制溫度在 80°C 以下。
7. 廢液、安息香檢查過後丟**有機不含鹵廢液桶**。
長玻璃滴管丟**廢玻璃**，**橡膠乳帽**須回收。**毛細管**、**TLC片**回收至回收筒。

DBA要回收!!

實驗數據

- ▶ Benzoin & DBA.
- ▶ DBA 再結晶後 weight.
- ▶ Benzaldehyde (g).
- ▶ Benzoin 粗產物之 weight.
- ▶ 乾淨的雙頸瓶、布氏漏斗、抽氣瓶、乳帽

結果 & 誤差討論

- ▶ 觀察討論 (TLC片也要討論喔)
- ▶ 產物產率 (benzoin & DBA)

數據分析

- ▶ R_f 值
- ▶ 計算產率

- 固液: 有機不含鹵
- 長滴管: 廢玻璃
- 毛細管、TLC片:
回收筒(鐵罐)